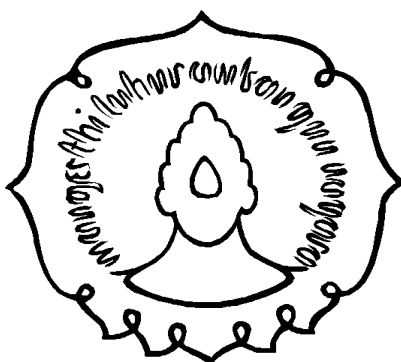


**PEMBUATAN DAN PEMANFAATAN KITOSAN SULFAT
DARI CANGKANG BEKICOT (*Achatina fullica*)
SEBAGAI ADSORBEN ZAT WARNA *REMAZOL YELLOW* FG 6**



Disusun Oleh :
Anggraini Puspitasari
M 0301013

SKRIPSI

Ditulis dan diajukan untuk memenuhi sebagian
persyaratan mendapatkan gelar Sarjana Sains Kimia

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SEBELAS MARET
SURAKARTA
2007**

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini dibimbing oleh :

Pembimbing I

Pembimbing II

Triana Kusumaningsih, M.Si

NIP 132 240 166

Abu Masykur, M.Si

NIP 132 162 020

Dipertahankan didepan TIM Penguji Skripsi pada :

Hari : Sabtu

Tanggal : 28 April 2007

Anggota TIM Penguji :

1. Dra. Tri Martini, MSi.

NIP. 131 479 681

2. I F Nurcahyo, MSi.

NIP. 132 308 801

1.

2.

Disahkan oleh

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret Surakarta

Dekan,

Ketua Jurusan Kimia,

Prof. Drs. Sutarno, M.Sc, Ph.D

NIP. 131 649 948

Drs. Sentot Budi Rahardjo, PhD

NIP. 131 570 162

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul PEMBUATAN DAN PEMANFAATAN KITOSAN SULFAT DARI CANGKANG BEKICOT (*Achatina fullica*) SEBAGAI ADSORBEN ZAT WARNA *REMAZOL YELLOW* FG 6 adalah benar-benar hasil penelitian sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat kerja atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta,

ANGGRAINI PUSPITASARI

ABSTRAK

Anggraini Puspitasari, 2007. PEMBUATAN DAN PEMANFAATAN KITOSAN SULFAT DARI CANGKANG BEKICOT (*Achatina fullica*) SEBAGAI ADSORBEN ZAT WARNA REMAZOL YELLOW FG 6. Skripsi. Jurusan Kimia. Fakultas MIPA. Universitas Sebelas Maret.

Penelitian pembuatan dan pemanfaatan kitosan sulfat dari cangkang bekicot (*Achatina fullica*) sebagai adsorben zat warna *Remazol Yellow* FG 6 telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui keefektifan kitin dari cangkang bekicot untuk membuat kitosan sulfat, mengetahui kondisi optimum penyerapan zat warna oleh kitosan sulfat, serta menentukan jenis adsorpsi yang terjadi.

Isolasi kitin dari cangkang bekicot dilakukan dengan proses deproteinasi dan demineralisasi. Deasetilasi kitin dilakukan untuk mengubah kitin menjadi kitosan. Kitosan sulfat dibuat dengan penempelan ammonium sulfat 0,1 M. Proses adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 dengan kitosan sulfat dilakukan dengan metode *Bacth* dengan memvariasi pH larutan, konsentrasi larutan serta waktu kontak. Karakterisasi kitosan dilakukan dengan menentukan kadar air, kadar abu, derajat deasetilasi dan berat molekul. Karakterisasi kitosan sulfat dengan menentukan kadar air, kadar abu dan banyaknya sulfat yang menempel. Analisis gugus fungsi kitin, kitosan dan kitosan sulfat dianalisis dengan spektroskopi FTIR. Adsorpsi kitosan sulfat terhadap *Remazol Yellow* FG 6 dianalisis dengan spektroskopi Uv-Vis. Sifat adsorpsi yang terjadi ditentukan dengan uji desorpsi memakai akuades.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa rendemen isolasi kitin, pembuatan kitosan dan kitosan sulfat adalah sebesar 24,39%, 6,46% dan 5,46%. Kadar air kitosan dan kitosan sulfat yang diperoleh sebesar 0,93% dan 1,50%. Kadar abu kitosan dan kitosan sulfat yang diperoleh sebesar 95% dan 93,51%. Derajat deasetilasi kitin dan kitosan yang diperoleh adalah 28 – 70% dan 58 – 75%. Berat molekul kitosan sebesar 974,87 g/mol. Sulfat yang menempel pada kitosan sulfat sebesar 14,26 mg/g. Kondisi optimum adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat adalah pH 4, konsentrasi 20 ppm dan waktu kontak 15 menit dengan daya serap optimum sebesar 0,66 mg/g. Uji desorpsi menunjukkan bahwa 47,86% zat warna terlepas kembali yang menunjukkan sifat adsorpsi kitosan sulfat terhadap *Remazol Yellow* FG 6 adalah *reversible*.

Kata kunci : kitin, kitosan, kitosan sulfat, *Remazol Yellow* FG 6, adsorpsi.

ABSTRACT

Anggraini Puspitasari, 2007. SYNTHESIS OF CHITOSAN SULFATE FROM SNAIL (*Achatina fullica*) SHELL AND IT'S APPLICATION AS REMAZOL YELLOW FG 6 DYE ADSORBENT. Thesis. Department of Chemistry. Mathematic and Science Faculty. Sebelas Maret University.

Synthesis of chitosan sulfate from snail (*Achatina fullica*) shell and its application as *Remazol Yellow FG 6* dye adsorbent has been studied. This experiment was conducted to study the effectiveness of chitin from snail shell to be converted into chitosan sulfate and to study the optimum condition of *Remazol Yellow FG 6* dye adsorption by chitosan sulfate and to determine the type of adsorption.

Isolation of chitin from *Achatina* shell was done by deproteination and demineralization process. Chitin had been converted into chitosan using demineralization process. Chitosan sulfate was made by reacting chitosan with 0,1 M ammonium sulfate solution. The adsorption of *Remazol Yellow FG 6* dye solution by chitosan sulfate were conducted in Batch method, by varying pH solution, dye solution concentration and time of interaction. Characterizations of the chitosan are involving determination of water and mineral content, molecular weight, polymerization degree, and degree of deacetylation. Characterization of chitosan sulfate are involving moisture content, ash content and sulfate content. Functional group of chitin, chitosan and chitosan sulfate were determined by FTIR spectroscopy. The adsorption of dye by chitosan sulfate were analyzed with Uv-Vis spectroscopy. Type of adsorption was determined with desorption test.

The result showed that rendement of chitin, chitosan and chitosan sulfate were 24,39%, 6,46% and 5,46%. The moisture content of chitosan and chitosan sulfate were 0,93% and 1,50%. The ash content of chitosan and chitosan sulfate were 95% and 93,51%. The degree of deacetylation of chitin and chitosan were 28 – 70% and 58 – 75%. The molecular weight of chitosan was 974,87 g/mol. Sulfate content in chitosan sulfate were 14,26 mg/g. The optimum condition of *Remazol Yellow FG 6* dye adsorption by chitosan sulfate was pH 4, concentration 20 ppm and the interaction time 15 minutes with adsorptive capacity 0,66 mg/g. 47,86% *Remazol Yellow FG 6* released during the desorption test, showed that the adsorption is reversible.

Keyword : chitin, chitosan, chitosan sulfate, adsorption, *Remazol Yellow FG 6*

MOTTO

Sesungguhnya Allah mengetahui yang tersembunyi di langit dan di bumi.
Sesungguhnya Dia Maha Mengetahui segala isi hati.

Sesungguhnya sesudah kesulitan ada kemudahan.
Maka apabila engkau telah selesai (dari suatu urusan), maka kerjakanlah
(urusan yang lain) dengan sungguh-sungguh
(Q.S. Al-Insyirah : 6-7).

Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya
(Q.S. Al Baqarah : 286).

Kita tidak akan menemui siang bila kita tidak mau melewati malam.

PERSEMBAHAN

Karya kecilku ini kupersembahkan kepada :

- Ø *Bapak dan Ibu tercinta, atas bimbingan, cinta, kasih sayang, dan perhatian untuk Ananda yang tak pernah mengenal lelah.*
- Ø *Mas Remy, teteh dan dik Yoga yang menyayangiku*
- Ø *Sahabat-sahabatku seperjuangan yang memberi semangat.*

KATA PENGANTAR

Bismillaahirrohmaanirrohim

Segala puji syukur kehadiran Allah SWT, karena Ridhlo-Nya skripsi ini, yang berjudul “Pembuatan dan Pemanfaatan Kitosan Sulfat dari Cangkang Bekicot (*Achatina fullica*) sebagai adsorben *Remazol Yellow* FG 6” dapat selesai dengan baik.

Skripsi ini disusun sebagai hasil penelitian yang telah penulis lakukan untuk memenuhi sebagian syarat guna memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret Surakarta.

Penulis telah banyak menerima bantuan, dorongan dan petunjuk serta fasilitas dalam pengerjaan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada semua pihak, terutama kepada :

1. Bapak Prof.Drs.Sutarno, M.Sc, Ph.D selaku Dekan FMIPA UNS.
2. Bapak Drs. Sentot Budi Rahardjo, Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia.
3. Ibu Triana Kusumaningsih, M.Si. selaku pembimbing I yang telah berkenan meluangkan waktu dan memberikan bimbingan yang berguna demi terselesaikannya skripsi ini.
4. Bapak Abu Masykur, M.Si. selaku pembimbing II yang dengan penuh kesabaran telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini.
5. Ibu Soerya Dewi Marliana, M.Si. selaku Pembimbing Akademis yang telah banyak memberikan arahan selama masa kuliah.
6. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA UNS atas semua ilmu yang diberikan.
7. Bapak Dr. rer. nat. Fajar Rakhman Wibowo, M.Si. selaku Ketua Sub Laboratorium Kimia Laboratorium Pusat FMIPA UNS dan semua staffnya.
8. Ibu Desi Suci Handayani, M.Si. selaku Ketua Laboratorium Kimia Dasar FMIPA UNS beserta staffnya.
9. Kepala Laboratorium Kimia Organik UII Yogyakarta beserta teknisi.

10. Sahabat-sahabatku tersayang (Sopik, Tia, Siska, Dewi, Irma, Dina) dan kakak-kakakku yang selalu memberikan semangat juang bagiku.

11. Semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis sadar bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Harapan penulis semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan kita semua. Amin

Surakarta, April 2007

Anggraini Puspitasari

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERRSETUJUAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
HALAMAN ABSTRAK	iv
HALAMAN ABSTRACT	v
HALAMAN MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1
B. Perumusan Masalah	4
1. Identifikasi Masalah	4
2. Batasan Masalah.....	5
3. Rumusan Masalah	6
C. Tujuan Penelitian	6
D. Manfaat Penelitian	6
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	7
A. Tinjauan pustaka	7
1. Bekicot	7
2. Kitin.....	8
3. Kitosan	10
4. Kitosan Sulfat.....	13
5. Derajat Deasetilasi.....	14
6. Adsorpsi	15

7. Spektroskopi Infra Merah.....	17
8. Spektroskopi Uv-Vis	18
9. Zat Warna	20
B. Kerangka Pemikiran.....	23
C. Hipotesis	25
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	26
A. Metode Penelitian	26
B. Tempat dan Waktu Penelitian.....	27
C. Alat dan Bahan yang Digunakan	27
1. Alat yang Digunakan	27
2. Bahan yang Digunakan	27
D. Prosedur Penelitian	28
1. Preparasi Kitin, Kitosan dan Kitosan Sulfat	28
a. Proses Isolasi Kitin	28
b. Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan	29
c. Pembuatan Kitosan Sulfat.....	29
2. Karakterisasi Kitosan dan Kitosan Sulfat	29
a. Kadar Air	29
b. Kadar Mineral	30
c. Berat Molekul	30
d. Derajat Deasetilasi	30
e. Penentuan Jumlah SO_4^{2-} yang Menempel	31
3. Adsorpsi Larutan <i>Remazol Yellow FG 6</i>	31
a. Pembuatan Larutan Induk Zat Warna	31
b. Penentuan Panjang Gelombang Optimum Zat Warna	31
c. Pengaruh pH terhadap Absorbansi Zat Warna	32
d. Pembuatan Kurva Standar Untuk Spektroskopi UV-Vis.....	32
e. Orientasi pH Larutan <i>Remazol Yellow FG 6</i>	32
f. Orientasi Waktu Pengadukan.....	32
g. Orientasi Konsentrasi Larutan <i>Remazol Yellow FG 6</i>	32
4. Penentuan Sifat Adsorpsi	33

a. Adsorpsi	33
b. Desorpsi	33
5. Aplikasi Limbah.....	33
E. Pengumpulan dan Analisis Data	34
1. Pengumpulan Data	34
2. Analisis Data.....	34
BAB IV. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....	36
A. Isolasi Kitin	36
B. Pembuatan Kitosan	39
C. Pembentukan Kitosan Sulfat.....	42
D. Adsorpsi larutan <i>Remazol Yellow</i> FG 6	44
1. Panjang Gelombang <i>Remazol Yellow</i> FG 6 Maksimum	44
2. Pengaruh pH terhadap Absorbansi Zat warna.....	44
3. Variasi pH Larutan.....	45
4. Variasi Waktu Kontak	46
5. Penentuan Isoterm Adsorpsi	48
6. Penentuan Sifat Adsorpsi	50
7. Aplikasi Limbah	52
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	53
A. Kesimpulan	53
B. Saran	53
DAFTAR PUSTAKA	54
LAMPIRAN – LAMPIRAN.....	58

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Standar Mutu Kitin	9
Tabel 2. Spesifikasi Kitosan.....	12
Tabel 3. Beberapa Absorpsi Berhubungan dengan Tipe Ikatan	17
Tabel 4. Spektra Absorpsi Uv	19
Tabel 5. Data Rendemen Isolasi Kitin	37
Tabel 6. Karakterisasi Kitosan Hasil Deasetilasi Kitin	40
Tabel 7. Karakterisasi Kitosan Sulfat	42
Tabel 8. Data Konsentrasi Hasil Adsorpsi dengan Variasi pH	45
Tabel 9. Data Variasi Waktu Kontak Adsorpsi Zat Warna dengan Kitosan Sulfat	47
Tabel 10. Data Konsentrasi Hasil Adsorpsi dengan Variasi Konsentrasi	48
Tabel 11. Data Parameter Isotem Adsorpsi	50
Tabel 12. Data Konsentrasi Akhir Adsorpsi – Desorpsi Kitosan Sulfat	51
Tabel 13. Data Daya Serap Adsorpsi <i>Remazol Yellow</i> FG 6	51
Tabel 14. Data Hasil Aplikasi Adsorpsi Limbah Zat Warna	52

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Struktur Kitin	9
Gambar 2. Struktur Kitosan	10
Gambar 3. Reaksi Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan	11
Gambar 4. Pemilihan Garis Dasar Metode <i>base line</i> Menggunakan Spektra FTIR.....	15
Gambar 5. Struktur Zat Warna	22
Gambar 6. Struktur Kimia <i>Remazol Yellow FG 6</i>	23
Gambar 7. Spektra FTIR Cangkang Bekicot	36
Gambar 8. Spektra FTIR Kitin	38
Gambar 9. Spektra FTIR Kitosan	40
Gambar 10. Spektra FTIR Kitosan Sulfat	43
Gambar 11. Kurva Panjang Gelombang Maksimum <i>Remazol Yellow FG 6</i> ..	44
Gambar 12. Kurva Pengaruh pH terhadap Absorbansi Zat Warna	45
Gambar 13. Kurva Adsorpsi Zat Warna pada Variasi pH	46
Gambar 14. Kurva Konsentrasi Zat Warna Terserap Vs Waktu	47
Gambar 15. Kurva Adsorpsi Zat Warna Variasi Konsentrasi	49
Gambar 16. Kurva Isoterm Adsorpsi	50

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Perhitungan Standar Deviasi.....	58
Lampiran 2. Perhitungan Rendemen Hasil Percobaan	59
Lampiran 3. Data Proses Isolasi Kitin, Pembuatan Kitosan dan Kitosan Sulfat	60
Lampiran 4. Perhitungan Kadar Air dan Kadar Abu.....	61
Lampiran 5. Data Perhitungan Kadar Air dan Kadar Abu Kitosan dan Kitosan Sulfat.....	62
Lampiran 6. Perhitungan Berat Molekul Rata-rata Kitosan.....	63
Lampiran 7. Data Perhitungan Berat Molekul Rata-rata Kitosan	64
Lampiran 8. Perhitungan Derajat Deasetilasi Kitin dan Kitosan	65
Lampiran 9. Data Perhitungan Derajat Deasetilasi Kitin dan Kitosan	66
Lampiran 10. Perhitungan <i>Remazol Yellow</i> FG 6 Teradsorpsi oleh Kitosan Sulfat.....	67
Lampiran 11. Data Adsorpsi <i>Remazol Yellow</i> FG 6 oleh Kitosan Sulfat	68
Lampiran 12. Perhitungan Penentuan Isoterm Adsorpsi	74
Lampiran 13. Data Perhitungan Pengaruh pH terhadap Absorbansi Zat Warna	76
Lampiran 14. Data CaCO_3 sebagai Kontrol Adsorpsi <i>remazol Yellow</i> FG 6 oleh Kitosan Sulfat.....	77
Lampiran 15. Perhitungan Turbidimetri.....	78
Lampiran 16. Perhitungan Daya Serap Adsorpsi Kitosan Sulfat Terhadap <i>Remazol Yellow</i> FG 6.....	80
Lampiran 17. Data Adsorpsi-Desorpsi Limbah Zat Warna.....	81
Lampiran 18. Pemilihan Garis Dasar Perhitungan Derajat Deasetilasi dengan Spektra FTIR	82

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Sumber daya alam di Indonesia sangat melimpah dan sebagian besar belum dimanfaatkan secara optimal. Bekicot (*Achatina fullica*), merupakan salah satu sumber daya yang belum dimanfaatkan secara optimal. Bekicot termasuk dalam golongan *mollusca*, mempunyai tubuh lunak yang dilindungi oleh cangkang yang keras. Bekicot berkembang biak dengan cepat, sumber makanannya melimpah dan resisten terhadap penyakit. Bekicot mudah ditemukan di banyak tempat, terutama di daerah yang lembab dan pegunungan (www.bi.go.id).

Ternak bekicot mempunyai prospek yang menjanjikan, terbukti dengan adanya peningkatan ekspor bekicot dari 1864 ton (tahun 1999) menjadi 2935 ton pada tahun 2000 (www.bi.go.id). Daging bekicot banyak diekspor ke Prancis, Jepang, Hongkong, Belanda, Taiwan, Yunani, Belgia, Luxemburg, Kanada, Jerman dan Amerika Serikat ([Santoso](#), H.B, 2002). Daging bekicot dimanfaatkan sebagai sumber protein dalam makanan manusia karena banyak mengandung asam amino esensial, selain itu dapat dipakai untuk obat tradisional. Pemanfaatan limbah cangkang bekicot di Indonesia belum optimal, biasanya hanya dipakai sebagai bahan campuran makanan ternak, seperti itik dan ayam (Prihatman, 2000). Cangkang bekicot juga dapat dipakai sebagai sumber kitin. Arief (2003) telah berhasil mengisolasi kitin dari limbah cangkang bekicot.

Kitin ($C_8H_{13}O_5$)_n adalah biopolimer yang melimpah di alam, menduduki peringkat kedua setelah selulosa. Struktur kimia kitin juga mirip dengan selulosa, tetapi gugus hidroksil pada posisi C-2 digantikan oleh gugus asetamida. Kitin terdiri atas gugus N-asetil-D-glukosa-2-amina yang terikat secara β -1,4 (Beaulieu, 2005). Kitin banyak terdapat pada dinding sel jamur dan *exoskeleton* insekta, *arthropoda*, *crustaceae* dan *mollusca*. Secara alami kitin berada dalam cangkang berikatan dengan polisakarida, lemak dan garam anorganik seperti kalsium karbonat dan pigmen. Polimer kitin dapat dirombak dengan enzim khitinase

menjadi unit monomer N-asetil glukosamin (Yurnaliza, 2002). Sifat kimia kitin yang tidak beracun, tidak larut dalam air dan alkali, serta dapat mengalami biodegradasi (Lee, 2002) menyebabkan kitin mempunyai aplikasi yang luas, diantaranya dipakai untuk pengolahan air dan limbah cair, pembuatan resin pertukaran ion dan membran pemisahan dalam industri, mempercepat penyembuhan luka dan bahan aditif makanan (<http://en.wikipedia.org/wiki/Chitin>).

Bentuk umum pemakaian kitin adalah kitosan. Kitosan merupakan bentuk terdeasetilasi dari kitin, dibuat dengan menghilangkan gugus asetil kitin melalui proses deasetilasi. Bila nitrogen dalam polimer kurang dari 7% disebut kitin, jika nitrogen lebih dari 7% disebut kitosan (Zakaria, 2000 dalam Widodo, 2005). Proses deasetilasi selama 120 menit menghasilkan kitosan dalam bentuk gel dengan nilai derajat deasetilasi 85,17% (Nasution dan Citorekso, 1999). Kitosan mempunyai struktur linier dari 2-amino-2-deoksi-D glukopiranososa yang terikat secara β -1,4. Karakteristik kitosan dipengaruhi oleh derajat deasetilasi (menunjukkan proporsi unit terdeasetilasi) dan berat molekul. Kitosan bersifat polikationik, tidak larut dalam air, basa kuat, asam sulfat dan pelarut organik. Kitosan sedikit larut dalam HCl dan HNO₃. Kitosan dipakai untuk pengolahan limbah, pembuatan kosmetik dan obat-obatan, bidang pertanian dan industri makanan (Beaulieu, 2005).

Dalam pengolahan limbah, biasanya kitosan dipakai sebagai adsorben atau koagulan. Kitosan mempunyai kapasitas adsorpsi yang tinggi terhadap zat warna reaktif, kira-kira sekitar 1000–1100 g/Kg dalam media netral. Sedangkan adsorben lain, seperti kitin, silika dan karbon aktif hanya mempunyai kapasitas adsorpsi sekitar 50 g/Kg (Chiou M.S, Ho P.Y, 2003). Keuntungan kitosan sebagai adsorben adalah mempunyai gugus aktif amina yang merupakan sisi aktif dalam banyak reaksi kimia (Sakayawong, 2002). Arief (2003) melaporkan bahwa kitosan dari kitin cangkang bekicot dapat menyerap ion Ni²⁺ pada kondisi optimum pH 6, konsentrasi ion Ni²⁺ 45 ppm dan waktu perendaman 120 menit. Husna (2003) melaporkan kitosan dari kitin kerang hijau dapat dipakai sebagai koagulasi limbah cair karet pada pH optimum 3,6 dan konsentrasi optimum 60 ppm.

Kapasitas adsorpsi kitosan dapat lebih ditingkatkan dengan membuat modifikasi pada kitosan. Chiuo *et al* (2003) membuat lembaran kitosan yang di-*crosslink* dengan epichlorohydrin. Mahatmanti (2001), Darjito (2001) dan Cahyaningrum (2001) mengubah kitosan menjadi kitosan sulfat memakai ammonium sulfat 0,1 M. Kitosan sulfat dibuat dengan menempelkan ion sulfat pada gugus aktif pada kitosan (gugus amina). Ion sulfat dipilih karena ion sulfat kaya elektron sehingga kitosan yang bersifat polikationik dapat berbentuk anionik dengan terbentuknya ikatan elektrostatik $\text{NH}_3^+ - \text{SO}_4^{2-}$, sehingga dapat dipakai untuk adsorpsi zat kationik dan anionik, seperti ion logam dan zat warna pada limbah cair. Dari penelitian yang dilakukan oleh Mahatmanti (2001), Sofiyani (2001) dan Cahyaningrum (2001) dapat disimpulkan bahwa kitosan sulfat yang berasal dari sumber kitin yang berbeda-beda mempunyai kapasitas adsorpsi terhadap ion logam Zn (II), Cr (VI) dan Cd (II) yang lebih besar daripada kitosan, secara berurutan adalah sebagai berikut : 39,23 mg/g > 28,24 mg/g; 37,16 mg/g > 31,02 mg/g dan $17,09 \times 10^{-5} \text{ mol/g} > 11,35 \times 10^{-5} \text{ mol/g}$.

Limbah cair, khususnya yang mengandung zat warna, dapat menimbulkan masalah tersendiri karena zat warna dalam konsentrasi yang rendah saja dapat sangat terlihat di perairan dan mungkin beracun bagi organisme air. Sumber utama pelepasan zat warna ke lingkungan berhubungan dengan pemakaian tidak sempurna zat warna dalam industri tekstil, makanan, kulit dan kertas. Limbah zat warna tekstil menjadi perhatian tersendiri karena : (1) Konsumsi tekstil akan selalu meningkat mengikuti peningkatan populasi penduduk. (2) Sebagian besar zat warna dibuat agar mempunyai resistensi terhadap pengaruh lingkungan seperti efek pH, suhu dan penyerangan mikroba (Albanis, 2000). (3) pengolahan limbah zat warna menjadi sulit karena struktur aromatik pada zat warna yang sulit dibiodegradasi, khususnya zat warna reaktif karena terbentuknya ikatan kovalen yang kuat antara atom C dari zat warna dengan atom O, N atau S dari gugus hidroksi, amina atau thiol dari polimer (Christie, 2001 : 135).

Metode yang dapat dipakai dalam pengolahan limbah zat warna diantaranya adalah dengan degradasi oksidatif dengan ozon yang efektif tetapi mahal dan mungkin menghasilkan produk degradasi yang beracun, memakai

organisme untuk mengikat atau mendegradasi zat warna dan adsorpsi zat warna ke dalam substrat inert (Christie, 2001:192). Adsorpsi terbukti sebagai cara yang efektif untuk pengolahan limbah zat warna reaktif, seperti yang dilaporkan oleh Sakyawong (2002) dimana adsorpsi dengan kitosan dapat menyerap zat warna reaktif sekitar 80 – 90 % pada pH 3 – 8. Kapasitas maksimal penyerapan kitosan terhadap zat warna reaktif *black 5* adalah 28,9 mg/g (Kimura, 2001).

Salah satu zat warna reaktif yang dipakai dalam industri batik adalah *Remazol Yellow FG 6*. Zat warna ini dapat larut dalam air, mempunyai gugus reaktif berupa vinil sulfon, dimana gugus sulfon akan menyebabkan kepolaran pada gugus vinil sehingga ikatan rangkap pada senyawa tersebut dapat bereaksi dengan gugus OH dari air, alkohol dan selulosa, sehingga dalam pewarnaan akan lebih tahan lama (Ismorningsih, 1986). Supriyanto (2005) melaporkan pemakaian alang- alang sebagai adsorben zat warna reaktif *Remazol Yellow FG 6* dari limbah tekstil, dan hasilnya menunjukkan bahwa daya serap terbesar, yaitu 7,851 mg/g, terjadi pada pH 10 dan panjang gelombang *Remazol Yellow FG 6* adalah 420 nm. Rahmayanti (2006) melaporkan penyerapan *Remazol Yellow FG 6* oleh biomassa *Rhizopus oryzae* aktif dan termobilisasi mempunyai daya serap optimum 3,775 mg/g pada kondisi optimum pH 12 dan waktu kontak 20 menit.

Penelitian pemakaian kitosan sulfat sebagai adsorben zat warna *Remazol Yellow FG 6* belum pernah dilakukan. Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui potensi limbah cangkang bekicot sebagai bahan untuk membuat kitosan sulfat dan untuk mengetahui kemampuan kitosan sulfat dari cangkang bekicot sebagai adsorben *Remazol Yellow FG 6*.

B. Rumusan Masalah

1. Identifikasi Masalah

Kitin merupakan biopolimer alam yang cukup melimpah dan merupakan komponen utama dari *exoskeleton invertebrata*. Kitin terdapat pada cangkang udang, kepiting, kerang dan bekicot. Limbah cangkang bekicot belum diolah secara optimal, biasanya dipakai sebagai campuran makanan ternak karena mempunyai kandungan kalsium tinggi. Kitin dapat diisolasi dari cangkang bekicot

dengan metode No, kemudian dikonversi menjadi kitosan dengan proses deasetilasi dengan basa kuat. Kitosan yang diperoleh dikonversi menjadi kitosan sulfat dengan ammonium sulfat, untuk memodifikasi gugus aktif kitosan (amina) menjadi amina sulfat yang lebih reaktif. Kitosan sulfat yang diperoleh kemudian dikarakterisasi yang meliputi kadar air, kadar abu dan gugus fungsi.

Kitosan sulfat mempunyai kemampuan menyerap zat warna reaktif, salah satunya adalah *Remazol Yellow FG 6*. Besarnya konsentrasi *Remazol Yellow FG 6* yang terserap dapat diketahui dengan menentukan jumlah adsorben yang dipakai, metode adsorpsi yang dipakai, variasi pH larutan zat warna, variasi waktu kontak dan variasi konsentrasi larutan zat warna. Jenis adsorpsi yang terjadi dapat diketahui dengan desorpsi dan menentukan isotherm adsorpsi.

2. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

- a. Sumber kitin berasal dari limbah cangkang bekicot dari Desa Minggiran, Kecamatan Papar, Kabupaten Kediri, Jawa Timur.
- b. Karakterisasi kitin, kitosan dan kitosan sulfat yang dihasilkan meliputi analisis gugus fungsi, pengukuran kadar air, kadar mineral, derajat deasetilasi, penentuan berat molekul dan banyaknya sulfat yang menempel.
- c. Variasi pH larutan *Remazol Yellow FG 6* yang dilakukan meliputi pH = 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8.
- d. Variasi waktu kontak meliputi 5, 10, 15, 20 dan 25 menit pada pH optimum.
- e. Variasi konsentrasi zat warna meliputi 5, 10, 15, 20, 25, dan 30 ppm pada waktu kontak dan pH optimum.
- f. Adsorpsi dan desorpsi kitosan sulfat dengan akuades dilakukan pada kondisi optimum.
- g. Adsorpsi dan desorpsi limbah zat warna dilakukan pada kondisi optimum.

3. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah :

- a. Apakah kitosan sulfat dapat dibuat dari kitosan hasil deasetilasi kitin cangkang bekicot ?
- b. Bagaimana karakterisasi kitosan sulfat yang diperoleh?
- c. Bagaimana kondisi optimum dari adsorpsi *Remazol Yellow FG 6* oleh kitosan sulfat dari cangkang bekicot ?
- d. Apakah kitosan sulfat dapat digunakan untuk adsorpsi limbah zat warna ?
- e. Jenis adsorpsi dan isotherm adsorpsi apa yang sesuai pada proses adsorpsi *Remazol Yellow FG 6* dan limbah zat warna oleh kitosan sulfat pada kondisi optimum ?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Membuat kitosan sulfat dari kitosan hasil deasetilasi kitin cangkang bekicot.
2. Melakukan karakterisasi kitosan sulfat dari kitosan hasil deasetilasi kitin cangkang bekicot.
3. Mengetahui kondisi optimum adsorpsi kitosan sulfat terhadap zat warna reaktif *Remazol Yellow FG 6*.
4. Melakukan uji adsorpsi kitosan sulfat pada limbah zat warna.
5. Mengetahui jenis adsorpsi dan isotherm adsorpsi dari adsorpsi *Remazol Yellow FG 6* dan limbah zat warna oleh kitosan sulfat.

D. Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah :

1. Meningkatkan pemanfaatan limbah cangkang bekicot.
2. Memberikan alternatif sumber kitin dan kitosan.
3. Mengembangkan aplikasi kitosan sebagai adsorben.
4. Memberikan alternatif cara pengolahan limbah zat cair khususnya yang mengandung zat warna reaktif.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Kajian Pustaka

1. Bekicot

Bekicot (*Achatina fullica*) merupakan hewan melata dengan tubuh lunak yang dilindungi oleh cangkang yang keras dengan warna garis pada tempurungnya tidak terlalu mencolok, dan mudah ditemukan pada daerah lembab dan pegunungan (Prihatman, 2000). Bekicot termasuk dalam :

Divisio	: Mollusca	
Kelas	: Gastropoda	
Ordo	: Pulmonata	
Familia	: Achatinidae	
Genus	: Achatina	
Spesies	: Achatina fullica	(Santoso , 1989)

Budidaya bekicot mempunyai prospek yang cerah karena :

- a. Bahan hijauan sebagai sumber makanan bekicot sangat melimpah dan belum banyak dimanfaatkan secara optimal.
- b. Prospek ekspor daging bekicot beku cukup baik, terbukti dengan meningkatnya permintaan ekspor dari 1864 ton (tahun 1999) menjadi 2935 ton (tahun 2000).
- c. Teknis budidaya sangat sederhana dan resiko kematian karena hama dan penyakit kecil, dengan lahan 0,5 Ha dan jumlah indukan 2000 ekor dalam 18 bulan menghasilkan 36 ton bekicot.
- d. Dampaknya terhadap segi lingkungan, sosial dan ekonomi cukup positif karena dapat menambah lapangan kerja baru, meningkatkan pendapatan, menambah alternatif sumber protein, pengolahan limbah, sumber devisa dan pendapatan asli daerah.

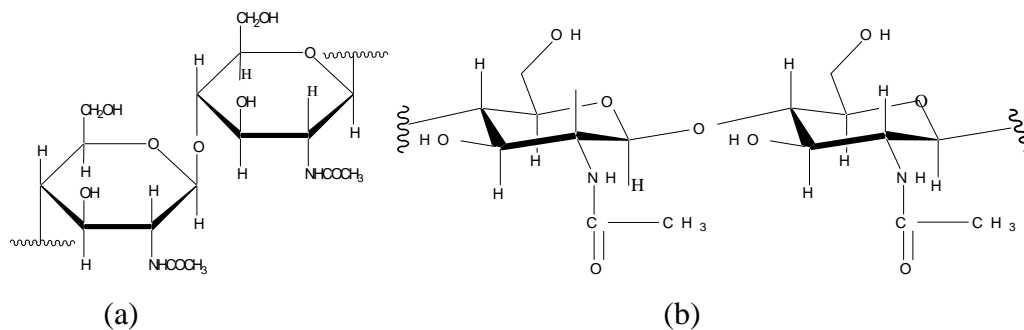
Industri ekspor bekicot banyak terdapat di daerah Jawa Timur (Kediri), Sumatra Utara , Bogor dan Bali. Sedang sumber bekicot didatangkan dari daerah Yogyakarta, Semarang, Madura, Pacitan, Cirebon, Pekalongan, Bojonegoro dan Lamongan (www.bi.go.id/sipuk).

Bekicot banyak dimanfaatkan untuk makanan manusia sebagai sumber protein (dikenal sebagai *Escargot*) di Eropa, Asia dan Afrika karena mempunyai banyak daging dan mengandung banyak asam amino esensial. Selain dapat dimanfaatkan untuk makanan tambahan bagi ternak seperti itik dan ayam, bekicot juga banyak dipakai untuk obat tradisional. Daging dan lendirnya mujarab untuk pengobatan abortus, sakit saat menstruasi, gatal-gatal, jantung, sakit gigi, dan radang selaput mata. Sedangkan cangkangnya mujarab untuk obat tumor. *Maulie*, adalah obat dari cangkang bekicot untuk mengobati kekejangan, jantung berdebar, insomnia, keputihan dan leher bengkak (Prihatman, 2000). Cangkang bekicot banyak mengandung senyawa-senyawa antara lain protein, lemak, air, kitin dan mineral-mineral seperti kalsium, kalium, magnesium, besi, seng dan mangan (Aboua, F., 1990).

2. Kitin

Kitin adalah komponen utama dalam dinding sel pada jamur, *exoskeleton* serangga, *anthropodha*, *mollusca* dan *crustaceae*. Kitin adalah polimer alami yang melimpah dialam, terbanyak kedua setelah selulosa. Prosentase kandungan kitin berbeda untuk tiap jenis hewan (Lee, 2002).

Kitin tersusun dari gugus asetil glukosamin dengan rantai linier (N-asetil-D-glukosa-2-amina) yang terikat dalam bentuk β -1,4. Ikatan ini menyebabkan peningkatan ikatan hidrogen antara polimer yang berdekatan sehingga mempunyai konfigurasi yang kaku. Kitin adalah polimer polisakarida yang mengandung lebih dari 5000 unit asetilgluksamin, rantai molekulnya panjang sehingga berat molekul bisa mencapai lebih dari satu miliar Dalton (www.greatvistachemichals.com). Secara struktural mirip dengan selulosa, tetapi grup asetamida menggantikan grup C₂- hidroksil dari selulosa (Beaulieu, 2005). Struktur kitin dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur Kitin
(a) Struktur Haworth Kitin. (b) Proyeksi Newman Kitin

Kitin merupakan sumber daya yang dapat diperbaharui dan banyak dipakai untuk pengolahan limbah, kosmetik dan obat-obatan. Kitin berupa padatan amorf yang putih bening, tidak beracun, dapat dibiodegradasi, tidak larut dalam air, alkali lemah, asam lemah, alkali jenuh, dan larutan organik. Larut dalam asam mineral kuat dan asam formiat anhidrid (www.chitosan.com.cn). Kitin dapat membentuk kompleks dengan ion logam transisi dan dapat menyerap zat warna terutama dengan mekanisme pertukaran ion. Kitin juga dapat dimanfaatkan untuk agen chelat yang banyak dipakai untuk pengolahan air minum dengan memisahkan senyawa organik dan logam berat (Lee, 2002). Standar mutu kitin yang dapat dimakan dan kitin untuk industri ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Standar Mutu Kitin

No.	Spesifikasi	Kitin dapat dimakan	Kitin untuk Industri
1.	Warna	Putih	Kurang putih
2.	Kelembaban	$\leq 10 \%$	$\leq 12 \%$
3.	Kadar abu	$\leq 1 \%$	$\leq 2 \%$
4.	Kadar N	6,2 – 6,9 %	-

Sumber : www.chitosan.com.cn

Secara alami kitin berikatan dengan protein, lemak, pigmen dan cadangan kalsium. Pemurnian kitin terdiri dari dua langkah utama, yaitu :

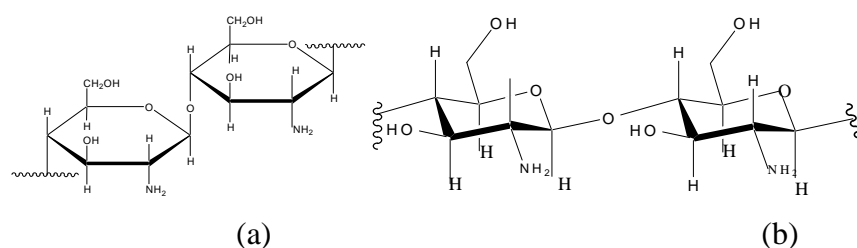
1. Demineralisasi : merupakan pemisahan mineral dengan asam lemah atau agen chelat.
2. Deproteinasi : merupakan pemisahan protein dengan alkali lemah atau enzim proteolitik.

Selain itu, bisa juga dilakukan *decolourisasi* untuk memindahkan pigmen yang ada dengan aseton atau hydrogen peroksida (Beaulieu, 2005).

Metode isolasi kitin dari limbah cangkang udang dan kepiting yang dilakukan oleh No (2000) adalah sebagai berikut : deproteinasi memakai NaOH 3,5 % (w/v) pada suhu 65⁰ C selama 2 jam dengan perbandingan cangkang : larutan adalah 1 : 10 (w/v). Demineralisasi dilakukan dengan larutan HCl 1 N selama 30 menit pada suhu kamar dengan perbandingan 1 : 15 (w/v). Depigmentasi dengan 0,315 % NaOCl (w/v) selama 5 menit dengan perbandingan 1 : 10 (w/v) pada suhu kamar (Seou, 2003).

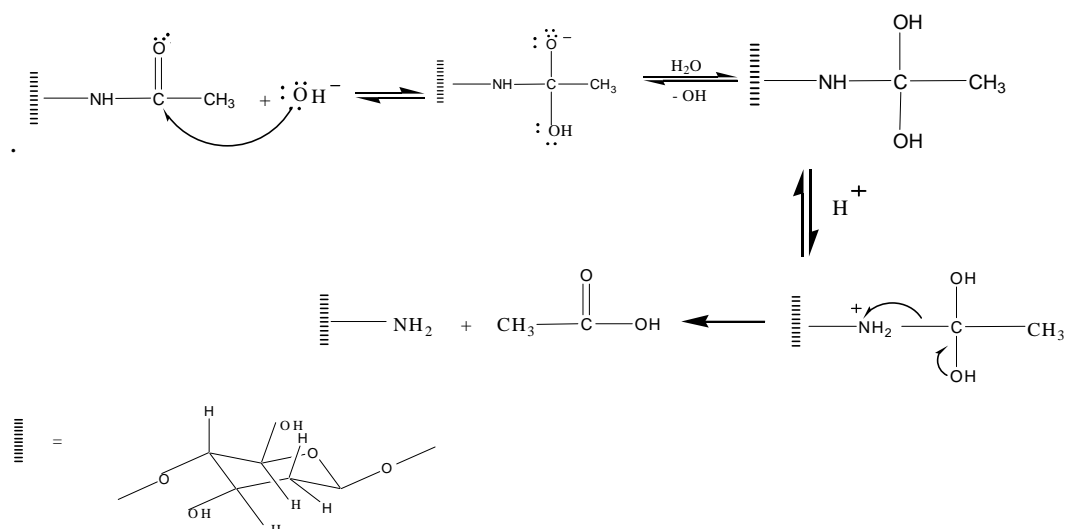
3.Kitosan

Kitosan (2-amino-2-deoksi-D-glukosa) adalah produk yang didapatkan dari turunan polisakarida kitin dengan memindahkan sejumlah gugus asetil (CH₃CO) menjadi molekul yang larut dalam asam, melalui proses deasetilasi dengan melepaskan gugus NH (amin) dan memberikan sifat kationik pada kitosan. Proses ini dilakukan dengan cara memanaskan kitin dalam natrium hidroksida kuat (> 40%) pada suhu tinggi (90 – 120⁰ C. Kitosan berupa polisakarida linier yang disusun oleh ikatan β-1,4 D glukosamin (unit deasetilasi) dan N-asetil-D-glukosamin (unit asetil). Kitosan diperoleh Struktur kimia dari kitosan dapat dilihat pada Gambar 2 (Lee, 2002).



Gambar 2. Struktur Kitosan
(a) Struktur Haworth Kitosan. (b) Proyeksi Newman Kitosan

Proses deasetilasi kitin untuk memperoleh kitosan memenuhi syarat bila dilakukan selama 90-120 menit dengan memperoleh kitosan dalam bentuk gel dalam air (Nasution & Citorekso, 1999). Reaksi deasetilasi kitin yang diusulkan oleh Mahatmanti (2001) diperlihatkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Reaksi Deasetilasi Kitin menjadi Kitosan

Gugus amina pada kitosan mempunyai pKa sekitar 6,5. Kitosan dapat larut dalam suasana asam sampai netral dengan densitas muatan tergantung pada pH dan nilai derajat deasetilasinya. Derajat deasetilasi tergantung pada suhu, waktu dan konsentrasi natrium hidroksida yang dipakai (Beaulieu, 2005). Kitosan berupa serbuk berwarna putih mutiara atau serpihan amorf yang putih bening, tidak larut dalam air, larutan basa kuat, asam sulfat dan beberapa pelarut organik seperti alkohol, aseton, dan dimetilsulfoksida. Kitosan sedikit larut dalam HCl dan HNO_3 . Pada larutan asam, rantai utamanya akan terhidrolisa secara lemah (www.chitosan.com.cn). Kitosan adalah biopolimer yang mempunyai berat molekul yang besar. Berat molekul kitosan bervariasi sesuai dengan sumber bahan mentahnya dan metode preparasinya (Salami, 1998). Spesifikasi kitosan secara umum dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Spesifikasi Kitosan

No.	Spesifikasi	Kitosan dapat dimakan	Kitosan untuk industri
1.	Warna	Putih	Putih atau abu-abu
2.	Granulitas	Serbuk / serpihan	Serbuk / serpihan
3.	Kelembaban	$\leq 10\%$	$\leq 10\%$
4.	Kadar abu	$\leq 1\%$	$\leq 2\%$
5.	Ketidaklarutan	$\leq 1\%$	$\leq 2\%$
6.	Derajat deasetilasi	$\geq 85\%$,	$\geq 85\%$
7.	Viskositas (1 %)	30 – 3000 mpa.s	30 –1000 mpa.s
8.	pH	7 – 9	7 –9

Sumber : www.chitosan.com.cn

Kitosan bermuatan positif sehingga dapat berikatan secara kimiawi dengan lipida bermuatan negatif, lemak dan asam empedu. Kitosan banyak dipakai untuk berbagai aplikasi karena sifat kimia dan biologisnya yang luas. Kitosan dapat dipakai untuk industri kosmetik, bioteknologi, pertanian dan pengobatan. Kitosan dapat dipakai untuk koagulan logam berat dalam limbah cair industri tekstil karena adanya gugus amina dan hidroksil yang dimiliki (Widodo, 2005). Biopolimer alami dan tidak beracun ini sekarang secara luas diproduksi secara komersial dari limbah kulit udang dan kepiting (No *et. al.*, 2000). Penelitian kitosan sebagai adsorben telah banyak dilakukan dan kesemuanya menunjukkan karakteristik sifat pada : (1) kemampuannya yang cukup tinggi dalam mengikat ion logam, (2) kemungkinan pengambilan kembali yang relatif mudah terhadap ion logam yang terikat pada kitosan dengan menggunakan pelarut tertentu. Keunggulan adsorben kitosan adalah dapat digunakan untuk penanganan limbah secara berulang-ulang (Muzzarelli, 1997 *dalam* Darjito, 2001).

Aplikasi kitosan berdasar tingkat kemurniannya dapat digolongkan menjadi (Beaulieu, 2005) :

- a. Tingkat teknis, dipakai untuk pertanian dan pengolahan air.
- b. Tingkat murni, dipakai untuk makanan dan kosmetik.
- c. Tingkat ultra murni, dipakai untuk biofarmatika.

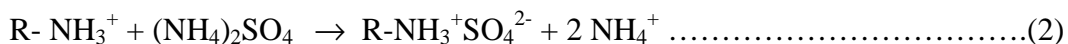
Derajat deasetilasi kitosan dapat ditentukan dengan spektroskopi Infra merah. Derajat deasetilasi (DD) kitosan komersil sekitar 60-100%

(www.chemistrydaily.com). Pujiastuti (2001) menyatakan bahwa spesifikasi kitosan untuk kualitas teknis mempunyai DD 85%, kualitas makanan 90% dan farmatis 95%. Semakin tinggi nilai DD maka kualitas kitosan makin baik.

4. Kitosan Sulfat

Kitosan sulfat adalah salah satu dari modifikasi kitosan dengan cara penempelan ion sulfat (SO_4^{2-}) pada amina (NH_2) yang merupakan gugus aktif kitosan. Perbandingan gugus amina dan asetamida yang terdapat dalam satu molekul kitosan bisa mencapai 90% (Sakayawong, 2005). Konversi kitosan menjadi kitosan sulfat pada dasarnya adalah pengikatan elektrostatik ion sulfat pada gugus NH_2 pada kitosan menjadi $\text{NH}_3^+\text{SO}_4^{2-}$ untuk menambah kereaktifan gugus aktif pada kitosan sehingga dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi dari kitosan, dengan meningkatkan laju adsorpsi pada kitosan sulfat. Kereaktifan situs aktif kitosan sulfat lebih stabil daripada kitosan, karena kitosan sulfat telah mengalami protonasi yang permanen dengan adanya proses penempelan ion sulfat (Cahyaningrum, 2001).

Dengan terbentuknya kompleks amin $-\text{NH}_3^+ \cdot \text{SO}_4^{2-}$ maka dimungkinkan terjadi perubahan mekanisme adsorpsi dari mekanisme pembentukan kompleks menjadi pertukaran ion. Kemungkinan reaksi yang terjadi dalam suasana asam ditunjukkan oleh persamaan (1) dan (2).



(Mahatmanti, 2001)

Darjito (2001), Cahyaningrum (2001), dan Mahatmanti (2001) telah memakai kitosan sulfat sebagai adsorben logam, dan dari penelitian tersebut terbukti bahwa kapasitas adsorpsi kitosan sulfat terhadap ion logam lebih tinggi dibandingkan dengan kitosan. Karakterisasi kitosan sulfat yang dilakukan meliputi analisis gugus fungsi dengan spektroskopi FTIR, analisis derajat deasetilasi dengan

spektroskopi FTIR, dan analisis banyaknya ion sulfat yang menempel dengan turbidimetri.

5. Derajat Deasetilasi

Kitosan dapat dikarakterisasi menurut kualitasnya, sifat-sifat intrinsiknya (kemurnian, berat molekul, viskositas, dan derajat deasetilasinya) dan secara fisika. Kualitas dan sifat kitosan dapat berbeda-beda karena produk akhir dipengaruhi oleh banyak faktor pada saat proses pengolahan. Derajat Deasetilasi kitosan merupakan salah satu sifat kimia yang penting, yang dapat mempengaruhi karakter kitosan dalam aplikasinya. Kitin dengan derajat deasetilasi lebih dari 75% dikenal sebagai kitosan. Derajat deasetilasi menentukan jumlah muatan gugus amina bebas dalam polisakarida. Semakin banyak gugus amina bebas maka kitosan makin murni (Khan T.A, Peh K.K, Hung S.C, 2002).

Derajat deasetilasi tergantung pada metode pemurnian dan kondisi reaksi. Metode yang dapat dipakai untuk penentuan derajat deasetilasi diantaranya adalah ninhydrin tes, titrasi potensiometri linier, spektroskopi inframerah dekat, titrasi hydrogen bromida, spektroskopi NMR, spektroskopi FTIR dan turunan spektroskopi Uv (Khan et al, 2002).

Pengukuran DD memakai spektroskopi FTIR memakai range frekuensi $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$. Penghitungan DD kitosan memakai dua *baseline* yang berbeda, yaitu *baseline* (a) yang dikemukakan oleh Domszy dan Roberts, dan *baseline* (b) yang dikemukakan oleh Baxter et al. Dua persamaan tersebut adalah sebagai berikut :

- a. *Baseline* oleh Domszy dan Roberts

$$DD = 100 - [(A_{1655}/A_{3450}) \times 100 / 1,33] \quad (3)$$

Dengan menghitung (A_{1655}) amida = $\text{Log}_{10} (DF_1/DE)$

$$(A_{3450}) \text{ hidroksil} = \text{Log}_{10} (AC / AB)$$

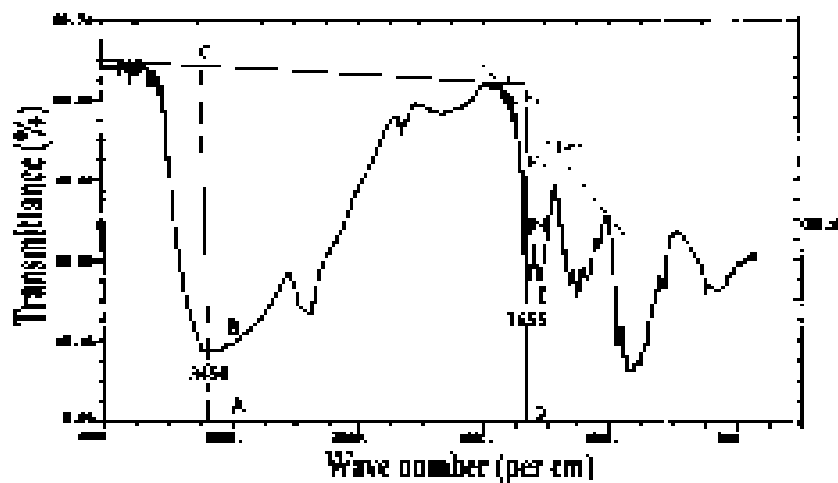
- b. *Baseline* oleh Baxter et al.

$$DD = 100 - [(A_{1655} / A_{3450}) \times 115] \quad (4)$$

Dengan menghitung (A_{1655}) amida = $\text{Log}_{10} (DF_2 / DE)$

$$(A_{3450}) \text{ hidroksil} = \text{Log}_{10} (AC / AB)$$

Dimana : (A_{1655}) amida adalah absorbansi pada 1655 cm^{-1} pada pita amida, diartikan sebagai kandungan grup N-asetil. (A_{3450}) hidroksil adalah absorbansi pada 3450 cm^{-1} pada pita hidroksil, diartikan sebagai standar internal untuk mengkoreksi ketebalan film atau perbedaan konsentrasi kitosan dalam bentuk bubuk. DF_1 , DF_2 , AB, AC, DE adalah tinggi absolut pita absorbansi dari gugus fungsi pada masing-masing panjang gelombangnya. Faktor 1,33 diartikan sebagai nilai perbandingan A_{1655} / A_{3450} untuk kitosan yang terN-asetilasi penuh. Rasio ini dianggap nol untuk kitosan terdeasetilasi penuh dan menunjukkan hubungan linier antara jumlah grup N-asetil dan absorbansi pita amida. Pemilihan garis dasar metode *base line* dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Pemilihan Garis Dasar pada Metode *base line* Menggunakan Spektra FTIR oleh Khan et al (2002)

6. Adsorpsi

Adsorpsi mengacu pada perubahan konsentrasi pada permukaan karena adanya akumulasi ketidakseimbangan tegangan permukaan pada batas antar fasa karena adanya proses fisika (*Physisorption*) seperti gaya Van Der Waals dan ikatan hidrogen, atau proses kimia dan pembentukan senyawa kimia (*Chemisorption*). Dalam adsorpsi fisika, panas yang dibutuhkan relatif kecil, molekul yang teradsorpsi dapat bergerak bebas pada permukaan (*reversible*), dan ketebalan molekul

adsorbat berlapis-lapis (*multilayer*) pada kondisi temperatur dan tekanan yang sesuai. Sedang pada adsorpsi kimia, panas yang dibutuhkan lebih tinggi (untuk reaksi kimia), molekul yang teradsorpsi sulit dilepaskan dan memerlukan tekanan yang drastik (bersifat *irreversible*). Lapisan adsorbat hanya satu lapis (*monolayer*) (Oscik, 1982).

Adsorben adalah zat atau padatan yang dipakai untuk adsorpsi. Molekul yang diserap pada adsorbent secara kolektif disebut sebagai adsorbat. Adsorbat dapat berupa gas (molekul) atau zat yang terlarut (molekul atau ion) dalam larutan (Sime R.J., 1990).

Berdasar tipe fasanya, adsorpsi dapat dibagi menjadi system cair/gas, padat/gas, padat/cair dan cair/cair. Cara pengukuran adsorpsi larutan dapat dilakukan dengan memakai metode statis (mengukur perbedaan konsentrasi dari larutan mula-mula dan larutan kesetimbangan) atau metode dinamis (kromatografi). Dalam adsorpsi dikenal persamaan isotherm adsorpsi, yaitu persamaan Freundlich dan Langmuir. Persamaan Freundlich sederhana tetapi tidak selalu tepat saat dipakai untuk eksperimen berulang dengan range tekanan yang lebar. Persamaan ini banyak dipakai untuk tujuan kualitatif dan menggambarkan bahwa adsorben cenderung mempunyai beberapa lapisan molekul. Pendekatan adsorpsi secara matematika pertama kali adalah dengan persamaan Freundlich, yaitu :

$$m = K C^{1/n} \quad (5)$$

Dimana m adalah mol adsorbat per gram adsorben

C adalah konsentrasi (mol / L)

K dan n adalah konstanta.

Persamaan Langmuir didasarkan pada asumsi bahwa lapisan adsorpsi cenderung monolayer, bahkan saat permukaan adsorben tertutup seluruhnya, jumlah molekul adsorbat tidak dapat melebihi jumlah sisi aktif adsorben (Oscik, 1982).

Isoterm adsorpsi Langmuir berdasar pada postulat dari teori berikut :

- a. Tingkatan zat teradsorp membentuk lapisan molekul dengan kedalaman satu molekul.

- b. Sistem berada pada keadaan rata-rata adsorpsi sebanding dengan rata-rata desorpsi.
- c. Rata-rata adsorpsi proporsional terhadap konsentrasi dan fraksi permukaan yang kosong.
- d. Rata-rata desorpsi proporsional terhadap fraksi permukaan yang sudah tertutup.

Secara matematis dapat dituliskan sebagai berikut :

$$C/m = 1 / (K m_{\max}) + C / m_{\max} \quad (6)$$

Jika sistem mengikuti isoterm adsorpsi Langmuir, maka kurva C/m versus C akan berupa garis lurus dengan slope sebanding $1/m_{\max}$ dan intercept sebanding dengan $1/(K m_{\max})$ (Sime, 1990).

7. Spektroskopi Infra Merah

Spektroskopi Inframerah bekerja karena ikatan kimia mempunyai frekuensi spesifik untuk bervibrasi. Frekuensi resonansi ini tergantung pada panjang ikatan dan massa atom, oleh karena itu frekuensi ini dapat dikaitkan dengan tipe ikatan tertentu. Prinsip kerja spektroskopi IR adalah sampel dilewati oleh sinar IR monokromatis dan jumlah energi yang diabsorpsi dicatat. Dengan mengulang prosedur pada range $4000 - 500 \text{ cm}^{-1}$ akan didapatkan spektra antara panjang gelombang (λ) atau frekuensi versus prosentase transmitan (T). Absorpsi sinar inframerah oleh beberapa tipe ikatan tertentu ditunjukkan dalam Tabel 3.

Tabel 3. Beberapa Absorpsi Berhubungan dengan Tipe Ikatan

No.	Ikatan	Molekul Organik ditemukan dalam	Range adsorpsi (cm^{-1})
1.	C-O	Alkohol, ester	100 – 1300
2.	C=O	Aldehid, keton, asam karboksilat, ester	1680 – 1750
3.	O-H	Asam karboksilat	2500 - 3300 (absorpsi luar)

4.	N-H	Amina primer	3100 – 3500
5.	O-H	Ikatan Hidrogen dalam alkohol	3230 – 3550
6.	O-H	Bebas	3580 – 3670

(Sastrohamidjojo, 1992)

Daerah antara $1400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ pada spektra disebut sebagai daerah infra merah. Daerah sebelah kiri 1400 cm^{-1} menunjukkan absorpsi oleh modus uluran yang berguna untuk identifikasi gugus fungsional. Daerah spektra sebelah kanan 1400 cm^{-1} terjadi karena adanya modus uluran dan tekukan sehingga gugus fungsional sulit diamati, disebut sebagai daerah sidik jari (*fingerprint*). (Pudjaatmaka, 1997).

Gugus fungsional yang ada dalam kitin adalah C-O, C-H alkana, N-H dan C=O amida, serta -OH. Perubahan gugus terjadi dalam pembentukan kitosan sulfat. Gugus dalam kitosan adalah C-O, C-H alkana, -OH dan NH_2 , gugus S=O menunjukkan adanya sulfat dalam kitosan sulfat.

Serapan -CH alkana muncul pada daerah $3000 - 2840 \text{ cm}^{-1}$. Serapan CH_3 yang terikat pada amida muncul pada daerah $1500 - 1450 \text{ cm}^{-1}$ (Silverstein, 1986). Serapan pada daerah $2960 - 2850 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan uluran CH_3 dan CH_2 (Williams dan Fleming, 1987). Amina menunjukkan serapan uluran -OH dan NH pada daerah $3000 - 3700 \text{ cm}^{-1}$. Getaran tekuk NH amina primer teramati pada daerah $1650 - 1580 \text{ cm}^{-1}$ (Silverstein, 1986). Amina menunjukkan serapan C-O dan C-N di daerah $900 - 1300 \text{ cm}^{-1}$. Getaran ulur NH amida berada pada daerah $3330 - 3060 \text{ cm}^{-1}$. Getaran tekuk NH (pita amida II) terletak di daerah $1570 - 1515 \text{ cm}^{-1}$ sedangkan uluran C=O (pita amida I) pada daerah dekat 1640 cm^{-1} (Silverstein, 1986). Ikatan C-O dalam alkohol dan eter muncul pada daerah $1300 - 1000 \text{ cm}^{-1}$ (Sastrohamidjojo, 1992). Daerah 1100 cm^{-1} menunjukkan serapan S=O yang menunjukkan keberadaan sulfat dalam kitosan sulfat.

8. Spektroskopi Uv-Vis

Radiasi sinar Visibel (400-800 nm) dan Uv (200-400 nm) yang diserap menyebabkan ikatan elektron berpindah dari orbital ikatan ke orbital anti ikatan

dengan energi yang lebih tinggi. Range energi yang diperlukan untuk terjadi eksitasi elektronik sekitar 36 Kkal (800 nm) - 145 Kkal (200 nm). Jarak inilah yang dipakai sebagai dasar pembuatan spektroskopi Visibel dan Uv (Wilcox, 1995).

Dalam prakteknya, spektroskopi Uv-Vis hanya dipakai untuk sistim konjugasi (Sastrohamidjojo, 1991). Absorpsi radiasi oleh sampel diukur oleh detektor pada berbagai panjang gelombang dan diinformasikan ke perekam untuk menghasilkan spektrum yang kemudian dapat dipakai untuk identifikasi adanya gugus kromofor. Beberapa nilai absorpsi spektra Uv dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Spektra Absorpsi Uv

No.	Struktural Unit	Panjang gelombang pada λ_{maks}	Tipe e ($M^{-1}cm^{-1}$)
1.	Ikatan rangkap dua terisolasi	180 – 195	10000
2.	Grup karbonil terisolasi	270 – 290	25
3.	Diene terkonjugasi (cis)	Mendekati 240	5000
4.	Diene terkonjugasi (trans)	Mendekati 220	16000
5.	Alkil bensen	260 –280 dan mendekati 210	200 dan 8000
6.	Naftalena	314, 275, 220	315, 5625, 112200

(Wilcox, 1995)

Absorpsi radiasi UV oleh senyawa aromatic yang terdiri dari cincin benzene terpadu bergeser ke panjang gelombang yang lebih panjang dengan bertambahnya konjugasi dan membesarnya stabilisasi resonansi dari keadaan tereksitasi, sebagai contoh benzene menyerap pada 184 nm dan 202 nm serta 230-270 nm, sedangkan naftalene menyerap pada 280 nm. Gugus kromofor seperti C=C, C=O dan N=N dapat menggeser serapan cahaya ke daerah tampak. Transisi $\pi - \pi^*$ dalam molekul yang mengandung gugus tak jenuh sangat mirip, terlepas dari jenis atom yang membentuk ikatan rangkapnya (Fessenden R.J. dan J.S. Fessenden, 1989)

Serapan dinyatakan dengan nilai intensitas absorpsi pada panjang gelombang maksimal. Absortivitas molar diperoleh dari turunan hukum Lambert-Beer dengan persamaan sebagai berikut :

$$A = \epsilon . b . c \quad (7)$$

Dimana A = intensitas absorpsi

ϵ = koefisien absorptivitas molar

b = tebal lintasan

c = konsentrasi larutan.

9. Zat Warna

Zat warna adalah bahan yang dipakai untuk memberi warna pada bahan lain, seperti tekstil, kertas dan bahan makanan. Secara umum zat warna diartikan sebagai bahan yang mempunyai afinitas terhadap substrat tempat diaplikasikan. Berdasar bahan yang diwarnai, zat warna dibedakan menjadi *fast dye* (zat warna yang tidak mudah luntur saat dipaparkan) dan *fugitive dye*. Zat warna secara alami dapat diperoleh dari binatang, tumbuhan atau mineral dengan sedikit proses pengolahan. Zat warna buatan manusia pertama kali disebut *mauveine*, yang ditemukan oleh William Henry Perkin pada tahun 1856 (www.greatvistachemical.com).

Sekarang zat warna diklasifikasikan berdasar cara pemakaian saat pewarnaan, yaitu :

a. Zat warna Asam

Merupakan zat warna anionik yang dapat larut dalam air. Dalam aplikasi dipakai untuk sutra, wool dan nilon pada kondisi netral sampai asam. Zat warna aslinya mengandung asam mineral atau asam organik yang dibuat dalam bentuk garam natriumnya.

b. Zat warna basa

Merupakan zat warna kationik yang dapat larut dalam air, biasanya dalam aplikasi dipakai untuk pewarnaan sutra, wool dan nilon. Biasanya dalam pewarnaan ditambahkan asam asetat untuk membantu pengikatan zat warna oleh bahan.

c. Zat warna direct (substantive)

Biasa dipakai pada kondisi netral atau alkali kuat dengan pemanasan dan penambahan NaCl atau Na₂SO₄. Banyak dipakai pada katun, kertas, wool, sutra dan nilon.

d. Zat warna mordant.

Dalam pemakaian memerlukan mordant yang dapat meningkatkan kecepatan perspirasi air, cahaya dan zat warna pada bahan. Sebagian besar zat warna alam adalah zat warna mordant. Zat warna mordant yang berikatan dengan oksida logam menjadi tidak larut.

e. Zat warna bejana (Vat Dyes)

Merupakan zat warna yang tidak larut dalam air. Tetapi dengan reduksi dengan larutan alkali akan terbentuk senyawa leuko yang larut dalam air.

f. Zat warna reaktif.

Diproduksi secara komersial pada tahun 1956. Mengandung gugus reaktif sehingga pada kondisi alkali lemah dan asam lemah dapat berikatan dengan bahan.

g. Zat warna disperse

Zat warna ini tidak larut dalam air. Rata-rata pewarnaan dipengaruhi oleh pemilihan agen pendispersi.

h. Zat warna Azo

Tidak larut dalam air. Pewarnaan dipengaruhi oleh pemilihan diazo dan komponen coupling (Isminingsih, 1978).

Zat warna reaktif pertama kali diproduksi tahun 1956. zat warna jenis ini pada aplikasinya akan sulit dihilangkan karena adanya ikatan kovalen yang kuat antara atom karbon dari zat warna dengan atom O, N, atau S dari gugus hidroksi, amino atau thiol dari polimer. Zat warna reaktif mempunyai berat molekul yang relatif kecil. Keuntungan zat warna reaktif adalah spektra absorpsinya runcing dan jelas, strukturnya relatif sederhana, dan warnanya lebih terang (Hunger K, 2003).

Secara umum struktur zat warna reaktif yang dapat larut dalam air adalah :

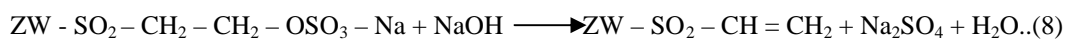
- a. Gugusan pelarut, misal asam sulfonat dan karboksilat.
- b. Kromofor, berfungsi sebagai pemberi warna, misal gugus azo, keton, nitro, etilen dan piridin.

- c. Gugus penghubung antara kromofor dengan sistim yang reaktif, misal gugus amina, sulfoamina dan amida.
- d. Gugus reaktif, bagian zat warna yang mudah lepas dari sistim reaktif sehingga bagian zat warna yang reaktif mudah bereaksi dengan serat, misal klor dan sulfat (Christie, 2001).

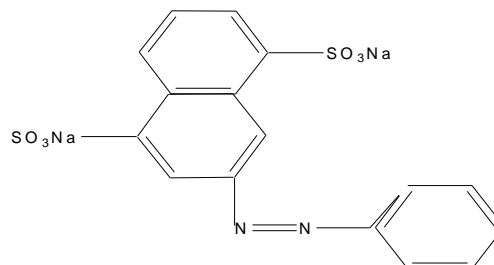
Menurut reaksi yang terjadi, zat warna reaktif dapat dibagi menjadi dua :

- a. Zat warna reaktif yang dapat mengadakan reaksi substitusi dengan serat dan membentuk ikatan ester, misal : *Procion*, *Cibracon* dan *Drimaren*.
- b. Zat warna reaktif yang dapat mengadakan reaksi adisi dengan serat dan membentuk ikatan ester, sebagai contoh : *Remazol*, *Remalan* dan *Primazin* (Rasjid D, 1976)

Zat warna *Remazol Yellow FG 6* merupakan zat warna reaktif yang banyak digunakan dalam industri batik. Gugus reaktif pada zat warna reaktif merupakan bagian dari zat warna yang mudah lepas sehingga zat warna mudah bereaksi dengan serat. Gugus reaktif pada *Remazol Yellow FG 6* berupa senyawa sulfon. Agar reaksi berjalan dengan baik diperlukan penambahan alkali atau asam hingga mencapai pH tertentu. Dalam larutan alkali terjadi reaksi yang ditunjukkan oleh persamaan (8) :



ZW adalah zat warna yang ditunjukkan dalam Gambar 5.

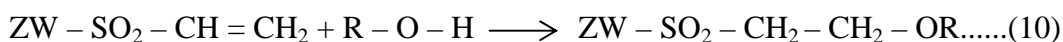


Gambar 5. Struktur Zat warna

Gugus $-\text{SO}_2 - \text{CH} = \text{CH}_2$ adalah senyawa vinil sulfon dimana gugus $-\text{SO}_2 -$ menyebabkan terjadinya kepolaran yang kuat pada gugus radikal vinil

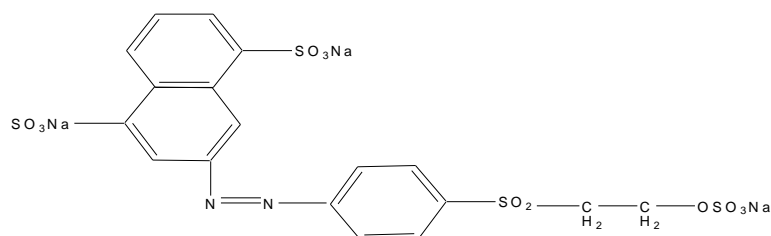


Ikatan rangkap pada senyawa tersebut bereaksi dengan gugus $-\text{OH}$ dari air, alkohol dan selulosa dengan reaksi pada persamaan (4) :



yang merupakan ikatan kovalen dengan selulosa (Ismorningsih, 1986).

Zat warna dapat bereaksi dengan serat dengan membentuk ikatan primer kovalen yang merupakan ikatan ester atau eter, molekul air juga dapat mengadakan reaksi hidrolisis dengan zat warna, yang menjadikan zat warna tidak reaktif lagi. Reaksi hidrolisis ini bertambah cepat dengan naiknya suhu (Rasjid D., 1976). Struktur kimia dari *Remazol Yellow FG 6* dapat dilihat sebagai berikut pada Gambar 6.



Gambar 6. Struktur Kimia Remazol Yellow FG 6

B.Kerangka Pemikiran

Kitin merupakan biopolimer yang melimpah kedua di alam setelah selulosa, bisa ditemukan dalam dinding sel jamur, cangkang insekta, *anthropoda*, *crustaceae* dan *mollusca*. Limbah cangkang bekicot (*Achatina fullica*) merupakan salah satu sumber kitin. Kitin mengandung gugus asetamida ($-\text{NHCOCH}_3$) yang kurang reaktif, oleh karena itu dalam pemakaian kitin biasanya diubah menjadi kitosan yang mempunyai gugus amina (NH_2) yang lebih reaktif. Pengubahan kitin

menjadi kitosan dengan menghilangkan gugus asetil pada kitin dengan penambahan basa disebut sebagai proses deasetilasi. Kitosan telah dilaporkan mempunyai kapasitas adsorpsi yang tinggi. Adsorpsi kitosan terhadap zat warna dapat terjadi pada range pH yang luas dan suhu tinggi.

Kapasitas adsorpsi kitosan dapat ditingkatkan dengan cara mengubah kitosan menjadi kitosan sulfat dengan menempelkan ion sulfat dari larutan ammonium sulfat. Ion sulfat yang kaya elektron akan dapat memprotonasi gugus amina (NH_2) pada kitosan sehingga terbentuk ikatan elektrostatik $\text{NH}_3^+ - \text{SO}_4^{2-}$, yang akan bereaksi dengan gugus reaktif zat warna (gugus sulfon) dengan waktu kesetimbangan lebih cepat karena gugus amina telah mengalami protonasi permanen oleh sulfat.

Adsorpsi kitosan sulfat terhadap *Remazol Yellow* FG 6 dipengaruhi oleh kondisi larutan yang meliputi konsentrasi larutan, pH larutan dan lamanya waktu kontak. Variasi konsentrasi, pH dan waktu kontak dilakukan untuk mengetahui kondisi optimum adsorpsi. Ikatan yang terjadi antara zat warna dan adsorben dapat berupa ikatan kovalen (gugus vinil zat warna dengan amina sulfat), ikatan ionik (gugus amina sulfat dengan sulfat zat warna), ikatan hidrogen (gugus vinil dengan OH kitosan) atau gaya Van der Waals. Interaksi antara zat warna dengan kitosan sulfat akan dominan dengan interaksi elektrostatik pada suasana asam antara gugus amina dan gugus sulfat dari zat warna, karena dalam asam gugus NH_3^+ akan stabil sedang zat warna dalam air akan membentuk gugus reaktif sulfat. Desorpsi kitosan sulfat dengan akuades dilakukan pada kondisi optimum dan dapat dipakai untuk mengetahui jenis dan isoterm adsorpsi yang terjadi. Pada saat desorpsi, ikatan yang lemah akan dapat dilepaskan kembali (*reversible*) mengikuti persamaan isoterm adsorpsi Freundlich, sedang ikatan kimia yang kuat tidak dapat dilepas kembali (*irreversible*) mengikuti persamaan isoterm Langmuir.

C. Hipotesis

Hipotesis yang kami ajukan disini adalah :

1. Kitosan sulfat dapat diperoleh dari kitosan dengan cara menambahkan ion sulfat dari ammonium sulfat pada kitosan hasil deasetilasi kitin cangkang bekicot.
2. Kitosan sulfat dari cangkang bekicot dapat dipakai untuk adsorpsi Remazol Yellow FG 6.
3. Kondisi optimum adsorpsi Remazol Yellow FG 6 oleh kitosan sulfat terjadi pada suasana asam dengan waktu kontak yang lebih cepat dibandingkan kitosan.
4. Adsorpsi kitosan sulfat terhadap Remazol Yellow FG 6 pada kondisi optimum akan dominan bersifat *reversible*.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Metode Penelitian

Penelitian tentang studi pembuatan dan pemanfaatan kitosan sulfat dari limbah cangkang bekicot untuk adsorben zat warna *Remazol Yellow* FG 6 memakai metode eksperimen. Isolasi kitin dari cangkang bekicot memakai metode yang dilakukan oleh No (2000) melalui proses deproteinasi dan demineralisasi. Pembentukan kitosan dari kitin dilakukan dengan penambahan NaOH 50% untuk merubah gugus asetil pada kitin menjadi gugus amina. Pembentukan kitosan sulfat dari kitosan dilakukan dengan penambahan ammonium sulfat 0,1 M.

Identifikasi gugus fungsi pada kitin, kitosan dan kitosan sulfat memakai analisa FTIR. Banyaknya sulfat yang menempel pada kitosan dianalisis dengan turbidimetri. Besarnya nilai adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat dianalisis dengan spektroskopi Uv-Vis. Karakterisasi sifat fisika kitosan diperoleh dengan analisis kadar air dan kadar mineral dengan pemanasan dan penimbangan, berat molekul dengan viscometer Ostwald dan derajat deasetilasi dengan spektroskopi FTIR. Adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat memakai metode *Batch* dengan variasi meliputi :

1. Variasi pH larutan *Remazol Yellow* FG 6 untuk mengetahui pengaruh keasaman terhadap adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat.
2. Variasi waktu kontak untuk mendapatkan waktu optimum adsorpsi.
3. Variasi konsentrasi larutan *Remazol Yellow* FG 6 untuk menentukan isotherm adsorpsi.

Desorpsi kitosan sulfat dilakukan pada kondisi optimum untuk mengetahui sifat adsorpsi dan jenis isotherm adsorpsi kitosan sulfat terhadap *Remazol Yellow* FG 6.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Sub. Laboratorium Kimia dan Lab pusat Fakultas MIPA UNS Surakarta. FTIR dilakukan di Lab Farmasi UII Yogyakarta. Waktu penelitian dari bulan Nopember 2005 sampai Desember 2006.

C. Alat dan Bahan

1. Alat yang Digunakan

- a. Ayakan ASTM Standar TEST SIEVE 50 mesh.
- b. Penggoyang ayakan MBT SIEVE SHAKER AG-515 RPM 500
- c. Seperangkat alat gelas Pyrek.
- d. Stirer Hot Plate Model 4658 Cole Parmer Instrument company
- e. Thermolyne Furnace 48000
- f. Neraca analitis Sartorius BP 110
- g. pHmeter Luthron 207
- h. FTIR Shimadzu 8201 PC
- i. Spektroskopi UV-Vis Shimadzu PC 1601
- j. Stopwatch
- k. Viscometer Ostwald
- l. Cawan porselen
- m. Desikator
- n. Digital Direct Reading Turbidimeter Orbeco-Hellige.

2. Bahan yang Digunakan

- a. Serbuk cangkang bekicot dari Desa Minggiran, Kec. Paparan, Kab. Kediri
- b. Asam asetat p.a. Merck
- c. HCl p.a. Merck
- d. $\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ p.a. Merck
- e. H_2SO_4 pekat p.a. Merck
- f. CH_3COONa p.a. Merck
- g. NaOH p.a. Merck
- h. $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ p.a Merck

- i. KNO_3 p.a. Merck
- j. $(\text{NH}_2)\text{SO}_4$ p.a. Merck
- k. Limbah zat warna dari Desa Telukan, Sukoharjo
- l. Kertas saring Whatman 42
- m. Akuades
- n. *Remazol Yellow* FG 6
- o. CaCO_3 p.a. Merck

D. Prosedur Penelitian

1. Preparasi Kitin, Kitosan dan Kitosan Sulfat

Preparasi kitin dan kitosan dilakukan dengan memakai metode No yang meliputi deproteinasi, demineralisasi dan deasetilasi. Preparasi kitosan sulfat dari kitosan dengan menambahkan ammonium sulfat.

a. Proses Isolasi Kitin

Kitin diisolasi dari serbuk cangkang bekicot yang telah lolos ayakan berukuran 50 mesh. Isolasi kitin dari cangkang bekicot dilakukan dengan metode seperti yang dilakukan oleh No (2000) melalui dua tahap, yaitu deproteinasi dan demineralisasi.

1. Deproteinasi.

Labu refluks 500 ml diisi serbuk cangkang bekicot sebanyak 50 g kemudian ditambahkan larutan NaOH 3,5% (w/v) dengan perbandingan 1 : 10 ($w_{\text{serbuk}}/V_{\text{NaOH}}$). Labu refluks dipanaskan pada suhu 65^0 C sambil distirer selama 2 jam. Campuran didinginkan dalam desikator, filtrat disaring dengan kertas saring Whatman 42, endapan dicuci dengan akuades sampai netral kemudian dikeringkan dalam oven 60^0 C selama 24 jam.

2. Demineralisasi.

Hasil dari tahap sebelumnya (1.a.1) dimasukkan dalam labu refluks 500 ml kemudian ditambahkan larutan HCl 1 M dengan perbandingan 1 : 15 (w/V_{NaOH}). Labu dipanaskan pada suhu 40^0 C sambil distirer selama 30 menit. Hasil refluks didinginkan, filtrat disaring dengan kertas saring Whatman 42, endapan dicuci dengan akuades sampai netral. Hasil yang diperoleh dikeringkan dalam oven

pada suhu 60°C selama 24 jam. Hasil yang diperoleh dianalisis dengan spektroskopi FTIR pada daerah bilangan gelombang $4000 - 400\text{ cm}^{-1}$.

b. Deasetilasi Kitin menjadi kitosan

Kitin yang diperoleh dari proses sebelumnya (1.a) ditambahkan larutan NaOH 50% pada labu refluks 500 ml dengan perbandingan 1 : 10 ($w_{\text{kitin}}/V_{\text{NaOH}}$). Labu refluks dipanaskan pada suhu 120°C sambil distirer selama 1,5 jam. Campuran didinginkan dalam desikator, disaring dengan kertas saring Whatman 42 kemudian dicuci dengan akuades sampai netral. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 24 jam. Hasil yang diperoleh dianalisis dengan spektroskopi FTIR pada daerah bilangan gelombang $4000 - 400\text{ cm}^{-1}$, diukur kadar air, kadar abu dan berat molekul.

c. Pembuatan Kitosan Sulfat

Kitosan yang diperoleh dari tahap sebelumnya (1.b) ditambahkan ammonium sulfat 0,1 M dengan perbandingan 2 : 5 ($w_{\text{kitosan}}/V_{\text{amonium sulfat}}$) kemudian dishaker selama 4 jam seperti yang dilakukan oleh Mahatmanti (2001). Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 42, endapan dicuci dengan akuades sampai netral dan dikeringkan selama 4 jam dalam oven pada suhu 60°C . Hasil yang didapatkan dianalisa dengan spektroskopi FTIR pada bilangan gelombang $4000 - 400\text{ cm}^{-1}$, diukur kadar air dan kadar abu.

2. Karakterisasi Kitosan dan Kitosan Sulfat

Karakterisasi kitosan meliputi kadar air, kadar abu, derajat deasetilasi dan berat molekul. Sedang karakterisasi kitosan sulfat meliputi kadar air, kadar abu dan penentuan gugus fungsi.

a. Kadar Air

Sampel sebanyak 5 g dimasukkan kedalam cawan porselen, kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam. Cawan didinginkan dalam desikator selama 30 menit kemudian ditimbang. Pemanasan dan pendinginan diulangi sampai didapatkan berat konstan. Berat sampel yang hilang selama pemanasan merupakan nilai kadar air.

b. Kadar Mineral

Sampel dimasukkan dalam cawan porselin dan ditimbang. Cawan dimasukkan dalam oven dan dipanaskan pada suhu 575⁰ C selama 3 jam. Cawan didinginkan kemudian ditimbang, prosedur diulangi sampai didapatkan berat konstan. Kadar mineral diperoleh dari berat sampel yang tertinggal setelah pemanasan.

c. Berat Molekul

Variasi konsentrasi kitosan 0,1%; 0,2%; 0,3%; 0,4% dan 0,5% dibuat dengan melarutkan kitosan dalam asam asetat 2%, kemudian diukur viskositasnya dengan viscometer Ostwalt. Viskositas dihitung dengan mengukur waktu alir penurunan larutan kitosan dalam viskometer . Viskositas dihitung dengan rumus :

$$h_{sp} = \frac{t_1 - t_0}{t_0} \quad (11)$$

Berat molekul rata-rata polimer dihitung dengan persamaan Mark-Houwink:

$$[h] = KM_w^a \quad (12)$$

dimana $K = 1.81 \times 10^{-3} \text{ cm}^3 / \text{g}$

$$a = 0.93$$

d. Derajat Deasetilasi

Derajat deasetilasi kitin dan kitosan yang terbentuk ditentukan dengan spektra FTIR dengan bilangan gelombang berkisar antara 4000 – 400 cm⁻¹. Derajat deasetilasi ditentukan dengan metode *base line* yang dirumuskan oleh Domszy dan Robert serta Baxter *et al* seperti yang dilakukan oleh Khan *et.al* (2000). Derajat Deasetilasi dihitung dari perbandingan antara absorbansi pada 1655 cm⁻¹ dengan absorbansi 3450 cm⁻¹ dengan rumus :

1). *Baseline* oleh Domszy dan Roberts

$$DD = 100 - [(A_{1655} / A_{3450}) \times 100 / 1,33] \quad (13)$$

Dengan (A_{1655}) amida = Log₁₀ (DF₁ / DE)

$$(A_{3450}) \text{ hidroksil} = \text{Log}_{10} (AC / AB)$$

2). *Baseline* oleh Baxter *et. al*.

$$DD = 100 - [(A_{1655} / A_{3450}) \times 115] \quad (14)$$

Dengan (A_{1655}) amida = Log₁₀ (DF₂ / DE)

$(A_{3450})_{\text{hidroksil}} = \log_{10} (AC / AB)$

e. Penentuan Jumlah SO_4^{2-} yang Menempel

Analisis jumlah ion sulfat yang menempel memakai metode Turbidimetri (Clesceri, L.S., Arnold E.G., Andrew D.E., 1998):

100 ml sampel dimasukkan dalam erlenmeyer kemudian ditambahkan 20 ml larutan A sambil distirer selama 60 detik \pm 2 detik dan ditambahkan 1 spatula BaCl_2 . Larutan diukur dengan Turbidimeter.

Larutan A dibuat dengan mencampurkan 15 gr $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 2,5 gram CH_3COONa , 0,5 gram KNO_3 dan 10 ml CH_3COOH , kemudian diencerkan dengan akuades sampai 500 ml.

Kurva larutan standar dibuat dengan memvariasi konsentrasi larutan sulfat 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 dan 40 ppm. Larutan induk sulfat dibuat dari 0,1479 gram Na_2SO_4 yang dilarut dalam 1 L akuades ($1 \text{ ml} = 100 \mu\text{g SO}_4^{2-}$).

3. Adsorpsi Larutan *Remazol Yellow* FG 6

Penentuan kondisi optimum adsorpsi kitosan sulfat terhadap larutan *Remazol Yellow* FG 6 dilakukan memakai metode *Batch* dengan melakukan variasi yang meliputi variasi pH larutan *Remazol Yellow* FG 6, variasi waktu kontak dan variasi konsentrasi larutan *Remazol Yellow* FG 6. Optimasi adsorpsi didasarkan pada orientasi berikut :

a. Pembuatan Larutan induk Zat Warna

Larutan induk zat warna 100 ppm dibuat dengan melarutkan 10 mg *Remazol Yellow* FG 6 dalam 100 ml akuades. Larutan induk ini kemudian digunakan dalam setiap pembuatan larutan zat warna.

b. Penentuan Panjang Gelombang Optimum Zat Warna

Larutan *Remazol Yellow* FG 6 dengan konsentrasi 20 ppm sebanyak 10 ml diukur absorbansinya pada variasi panjang gelombang antara 350 - 450 nm dengan spektroskopi Uv – Vis untuk mendapatkan panjang gelombang maksimumnya.

Larutan zat warna 20 ppm dibuat dengan mengencerkan 2 ml larutan induk zat warna (3.a) dengan akuades dalam labu ukur 10 ml sampai tanda batas.

c. Pengaruh pH terhadap Absorbansi Zat Warna

Pengaruh pH terhadap absorbansi zat warna dianalisis dengan cara membuat larutan *Remazol Yellow FG 6* dengan konsentrasi 15 ppm, kemudian dikondisikan pada variasi pH 2-8 dengan penambahan larutan HCl dan NaOH. Larutan yang diperoleh kemudian diukur absorbansinya dengan spektroskopi Uv-Vis pada panjang gelombang optimum

d. Pembuatan Kurva Standart Untuk Spektroskopi UV-Vis

Larutan standar *Remazol Yellow FG 6* dengan variasi 5, 10, 15, 20, 25 dan 30 ppm (dibuat dengan cara mengencerkan larutan induk dengan akuades) sebanyak 10 ml diukur absorbansinya dengan spektroskopi Uv-Vis pada panjang gelombang optimum yang didapatkan dari prosedur 3.b.

e. Orientasi pH larutan *Remazol Yellow FG 6*

Larutan *Remazol Yellow FG 6* dengan konsentrasi 25 ppm sebanyak 10 ml diatur pHnya menjadi pH 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8, dengan penambahan NaOH dan HCl. Masing-masing larutan ditambahkan 50 mg kitosan sulfat, dishaker dengan kecepatan sama selama 25 menit. Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 42, filtrat yang diperoleh diukur dengan spektroskopi Uv-vis pada panjang gelombang optimum.

f. Orientasi Waktu Pengadukan

Larutan *Remazol Yellow FG 6* sebanyak 10 ml dengan konsentrasi 25 ppm diatur pHnya menjadi pH optimum (prosedur 3.d) dengan penambahan HCl dan NaOH, kemudian ditambahkan 50 mg kitosan sulfat. Campuran dishaker dengan kecepatan yang sama dengan variasi waktu pengadukan selama 5, 10, 15, 20 dan 25 menit. Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 42 kemudian filtrat yang diperoleh dianalisis dengan spektroskopi Uv-Vis pada panjang gelombang optimum.

g. Orientasi Konsentrasi Larutan *Remazol Yellow FG 6*

Larutan *Remazol Yellow FG 6* dengan variasi konsentrasi 5, 10, 15, 20, 25 dan 30 ppm sebanyak 10 ml diatur pHnya dengan NaOH dan HCl menjadi pH optimum (prosedur 3.e), kemudian ditambahkan 50 mg kitosan sulfat. Campuran dishaker dengan kecepatan yang sama selama waktu optimum (prosedur 3.f). campuran kemudian disaring dengan kertas saring Whatman 42 dan filtrat yang

diperoleh dianalisis dengan spektroskopi Uv-Vis pada panjang gelombang optimum. Orientasi konsentrasi dipakai untuk menentukan jenis isoterm adsorpsi.

4. Penentuan Sifat Adsorpsi

Sifat adsorpsi ditentukan dengan melakukan adsorpsi larutan *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat pada kondisi optimum yang diperoleh dari prosedur sebelumnya (prosedur 3), dilanjutkan dengan melakukan desorpsi pada kondisi yang sama.

a. Adsorpsi.

Larutan *Remazol Yellow* FG 6 dengan konsentrasi dan pH optimum sebanyak 10 ml ditambahkan 50 mg kitosan sulfat, kemudian dishaker selama waktu optimum pada suhu kamar. Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 42, filtrat yang diperoleh diukur dengan spektroskopi Uv-Vis pada panjang gelombang optimum.

Adsorpsi kitosan sulfat terhadap *Remazol Yellow* FG 6 dikontrol dengan melakukan adsorpsi CaCO_3 terhadap *Remazol Yellow* FG 6 pada kondisi optimum. Hasil yang diperoleh disaring dengan kertas saring Whatman 42, kemudian filtrat diukur absorbansinya dengan spektroskopi Uv –Vis pada panjang gelombang optimum.

b. Desorpsi

Endapan adsorben hasil penyaringan pada prosedur 4.a ditambahkan 10 ml akuades, kemudian dishaker pada waktu optimum pada suhu kamar. Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 42, filtrat yang diperoleh dianalisis dengan spektroskopi Uv-Vis pada panjang gelombang optimum.

5. Aplikasi Limbah

a. Adsorpsi

Limbah zat warna yang mengandung *Remazol Yellow* FG 6 dikondisikan pada kondisi optimum, kemudian limbah ditambahkan 50 mg kitosan sulfat. Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 42, filtrat diukur absorbansinya dengan spektroskop Uv-Vis pada panjang gelombang optimum.

b. Desorpsi.

Kitosan sulfat hasil penyaringan prosedur sebelumnya (5.a) ditambahkan akuades, kemudian dishaker pada waktu kontak optimum. Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 42, kemudian filtrat diukur absorbansinya dengan spektroskopi Uv-Vis pada panjang gelombang optimum.

E. Pengumpulan dan Analisis Data

1. Pengumpulan Data

Kadar air dan kadar abu kitosan dan kitosan sulfat diperoleh dengan menimbang berat sampel sebelum dan sesudah pemanasan. Pengukuran kadar air dilakukan dengan pemanasan pada suhu 105°C , sedangkan kadar abu dengan pemanasan pada suhu 575°C . Berat molekul kitosan dihitung dengan mengukur viskositas larutan kitosan dengan viskometer Ostwald.

Penentuan gugus fungsi dan derajat deasetilasi didapat dari spektra IR dengan alat FTIR. Kadar *Remazol Yellow* FG 6 dalam larutan setelah adsorpsi dan desorpsi diukur dengan spektroskopi Uv-Vis. Pembuatan spektra Uv-Vis larutan standar *Remazol Yellow* FG 6 dipakai untuk memplotkan nilai absorbansi sampel hasil pengukuran.

2. Analisis Data

Penghitungan kadar air dan kadar abu kitosan dan kitosan sulfat dilakukan dengan pengukuran berat sampel sebelum dan sesudah pemanasan. Kadar air dalam kitosan diketahui dari berat sampel yang hilang setelah pemanasan, sedang kadar abu diketahui dari berat sampel yang tidak terabukan setelah pemanasan. Berat molekul dihitung dengan menghitung viskositas larutan kitosan dalam asam asetat 2% dengan metode viscometer Ostwald.

Analisis spektra FTIR kitin, kitosan dan kitosan sulfat dilakukan pada bilangan gelombang 4000 cm^{-1} - 400 cm^{-1} . Derajat deasetilasi kitosan dan kitosan sulfat dihitung dengan *base line* yang dikemukakan oleh Domszy dan Roberts serta Baxter et.al. Analisis turbidimetri dipakai untuk mengetahui banyaknya ion

sulfat yang terikat pada kitosan. Absorbansi yang didapat diplotkan pada kurva kalibrasi larutan standar yang dibuat dari Na_2SO_4 yang dilarutkan dalam akuades.

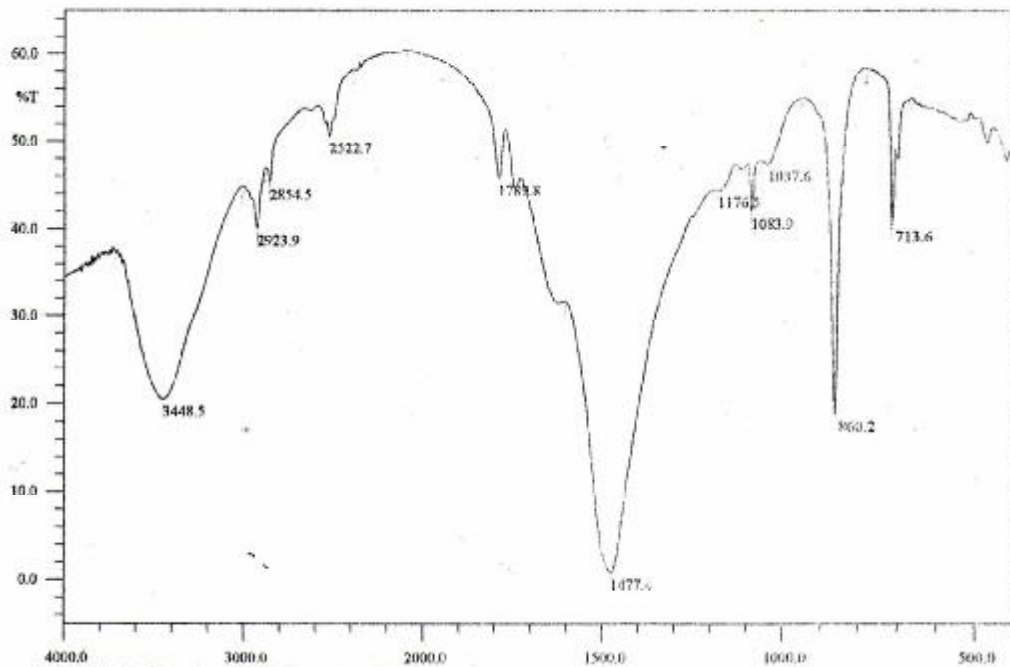
Variasi pH dilakukan untuk mengetahui pengaruh keasaman terhadap adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat. Variasi waktu kontak dilakukan untuk menentukan waktu kontak optimum. Penentuan terjadinya adsorpsi secara fisika atau kimia selain ditentukan dari jenis isoterm adsorpsi yang ditentukan dengan variasi konsentrasi larutan *Remazol Yellow* FG 6, juga dapat ditentukan berdasar sifat *reversible* atau *irreversible*-nya suatu adsorpsi dengan melakukan desorpsi pada kondisi optimum adsorpsi. Kontrol adsorpsi kitosan sulfat terhadap *Remazol Yellow* FG 6 dilakukan dengan melakukan adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 dengan CaCO_3 pada kondisi optimum.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Isolasi Kitin

Cangkang bekicot sebagai bahan dasar isolasi kitin diketahui mengandung kitin, mineral dan protein. Cangkang bekicot dianalisis dengan spektroskopi FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat didalam cangkang bekicot. Spektra FTIR cangkang bekicot ditunjukkan oleh Gambar 7.



Gambar 7. Spektra FTIR Cangkang Bekicot

Spektra FTIR pada Gambar 7 menunjukkan bahwa dalam cangkang bekicot terdapat ulur gugus -OH ditunjukkan pada $3448,5 \text{ cm}^{-1}$. Bilangan gelombang $1083,9 \text{ cm}^{-1}$ dan $1037,6 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan vibrasi ulur -C-O . Serapan pada daerah $2923,9 \text{ cm}^{-1}$ dan $2854,5 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur C-H alkana (-CH_3 dan CH_2). Daerah $1789,8 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan C=O ($1760 -$

1810 cm⁻¹) yang menunjukkan keberadaan CaCO₃ dalam cangkang. Gugus C=O dan CH₃ pada amida ditunjukkan pada daerah 1630cm⁻¹ dan 1477,4 cm⁻¹.

Proses isolasi kitin dari cangkang bekicot (*Achatina fullica*) terdiri dari dua tahap, yaitu deproteinasi dan demineralisasi. Rendemen yang diperoleh dari setiap perlakuan isolasi kitin dapat dilihat pada Tabel 5. Perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 2.

Tabel 5. Data Rendemen Setiap Perlakuan Isolasi Kitin

No	Tahap perlakuan	Rendemen (% berat)
1	Deproteinasi	92,63 % ± 4,21
2	Demineralisasi	24,39 % ± 1,40

Penambahan NaOH pada proses deproteinasi dilakukan untuk menghilangkan protein yang terkandung dalam cangkang bekicot, baik yang berikatan kovalen dengan kitin maupun yang berikatan secara fisis (sisir daging yang menempel pada cangkang). Protein akan lepas dengan membentuk Na-Proteanat yang larut dalam air. Hasil dari perlakuan ini berupa serbuk putih kecoklatan.

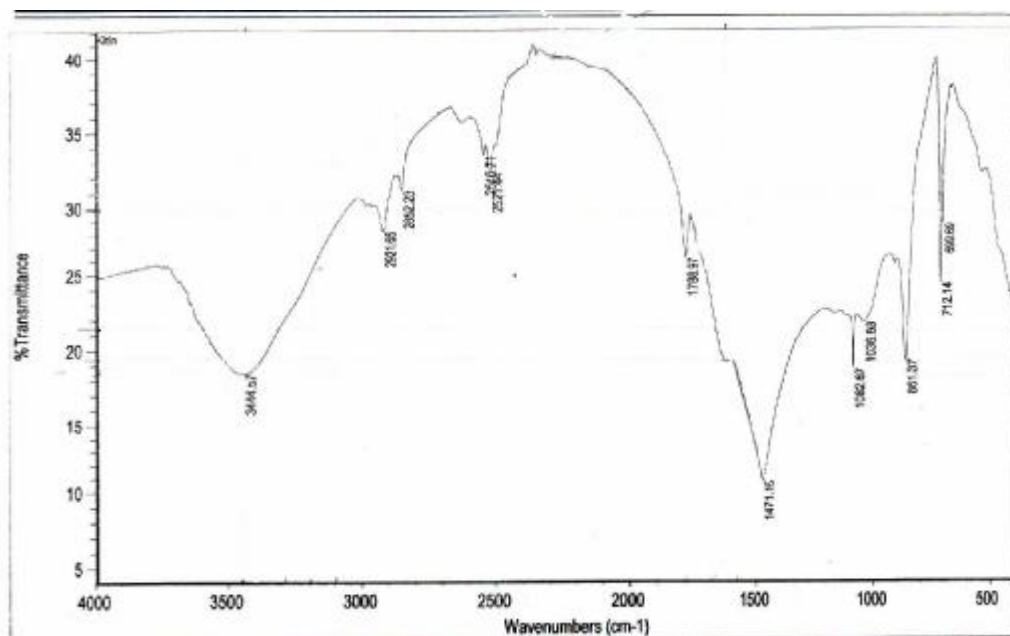
Penambahan HCl pada proses demineralisasi dimaksudkan untuk menghilangkan mineral - mineral dalam cangkang seperti kalsium karbonat (CaCO₃) menurut reaksi seperti yang ditampilkan dalam persamaan (15).



Gas CO₂ yang dihasilkan dalam reaksi (15) ditunjukkan dengan munculnya gelembung-gelembung udara saat HCl ditambahkan pada hasil deproteinasi. Kestimbangan reaksi cangkang dengan HCl pada proses demineralisasi ini ditandai dengan menghilangnya gelembung-gelembung udara CO₂. Nilai rendemen proses demineralisasi menunjukkan nilai kandungan kitin dalam 50 g cangkang bekicot. Jumlah kitin yang diperoleh tergantung dari sumber kitin yang

dipakai dan dari proses (konsentrasi, waktu reaksi dan suhu) yang digunakan untuk isolasi. Proses perlakuan ini menghasilkan serbuk putih kecoklatan.

Kitin yang diperoleh dikarakterisasi dengan spektroskopi FTIR untuk mengetahui kemurnian kitin yang terbentuk. Spektra FTIR ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Spektra FTIR Kitin

Serapan FTIR kitin hampir sama dengan serapan FTIR cangkang bekicot karena dalam cangkang sejak awal sudah mengandung kitin. Serapan vibrasi ulur gugus -OH pada bilangan gelombang $3444,67 \text{ cm}^{-1}$ (Silverstein, 1986). Serapan pada bilangan gelombang $1082,67 \text{ cm}^{-1}$ dan $1036,63 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur gugus -C-O . Terjadi pengurangan serapan karena berkurangnya gugus -C-O dari protein dan mineral. Menurut Williams dan Fleming (1987) serapan ulur gugus -CH_3 dan $\text{-CH}_2\text{-}$ terletak di daerah $2960\text{-}2850 \text{ cm}^{-1}$, sehingga serapan pada daerah $2921,65 \text{ cm}^{-1}$ dan $2852,23 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur gugus -C-H alkana (-CH_3 dan $\text{-CH}_2\text{-}$). Serapan ini berkurang bila dibanding serapan dalam spektra FTIR cangkang menunjukkan bahwa terjadi pengurangan rantai karbon karena

dalam isolasi kitin terjadi penghilangan protein dan mineral. Gugus CH_3 yang terikat pada amida ($-\text{NHCOCH}_3$) didukung serapan pada bilangan gelombang $1471,16 \text{ cm}^{-1}$ (Silverstein, 1986). Pita serapan ini lebih tajam dibandingkan dalam spektra FTIR cangkang karena gugus amida sudah lebih murni. Menurut Sudjadi (1983) pita serapan $1630 - 1680 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan gugus $-\text{C}=\text{O}$ suatu amida ($-\text{NHCOCH}_3$). Tekukan NH amida terletak pada daerah $1650 - 1515 \text{ cm}^{-1}$ (Silverstein, 1986) tertimpa serapan $-\text{CH}_3$ yang melebar, jadi tidak muncul pada spektra ini. Serapan $\text{C}=\text{O}$ dalam CaCO_3 ditunjukkan pada daerah $1788,97 \text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas yang lebih kecil daripada dalam spektrum cangkang karena terjadi pengurangan CaCO_3 dalam proses demineralisasi.

Dari spektra FTIR ini juga dapat diketahui nilai derajat deasetilasi kitin dengan dua metode, yaitu *baseline* Domszy & Roberts dan *baseline* Baxter at al seperti yang dilakukan oleh Khan at. al (2002). Derajat deasetilasi (DD) kitin dari hasil perhitungan pada Lampiran 8 dengan dua *baseline* masing – masing adalah 28,66 % dan 70,57 %. Derajat deasetilasi menunjukkan banyaknya jumlah gugus amina bebas dalam polisakarida. Nilai DD kitin menunjukkan bahwa dalam kitin telah mengandung gugus amina bebas, sehingga dapat dikatakan bahwa penambahan NaOH telah mampu merubah sebagian kitin menjadi kitosan.

2. Pembuatan Kitosan

Kitin yang diperoleh dari tahap sebelumnya dideasetilasi untuk mengubah gugus asetil ($-\text{NHCOCH}_3$) menjadi gugus amina dengan penambahan larutan NaOH . Rendemen yang diperoleh dari tahap ini sebesar $6,46 \% \pm 1,20$. Perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 2. Kecepatan reaksi yang terjadi tergantung pada konsentrasi basa, waktu reaksi dan temperatur yang dipakai, menghasilkan kitosan dalam bentuk gel atau setengah gel (Nasution & Citorekso, 1999).

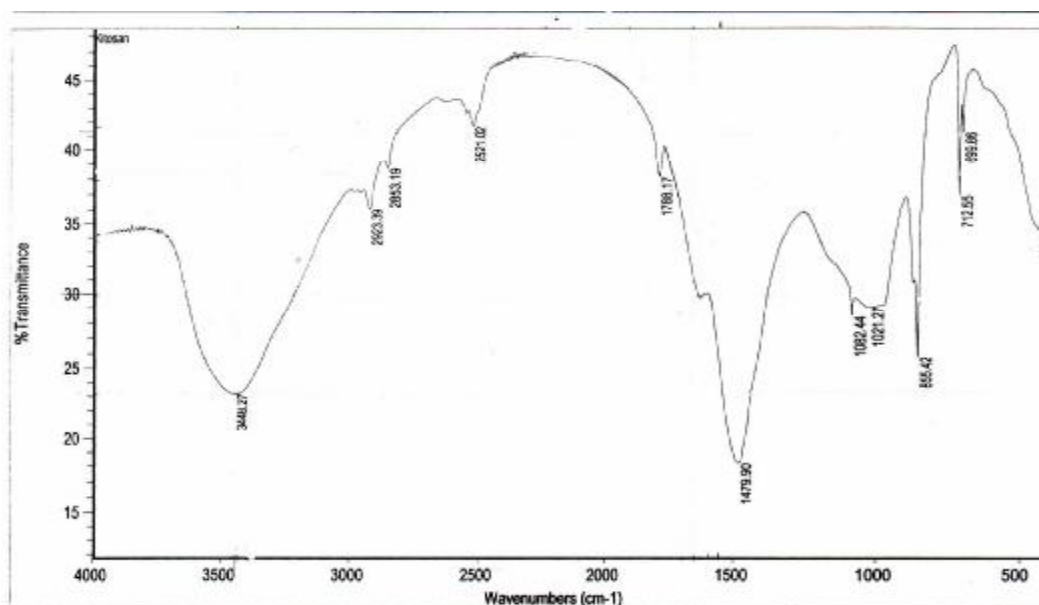
Kitosan yang diperoleh dikarakterisasi kadar air, kadar abu, berat molekul, dan derajat deasetilasinya. Hasil karakterisasi dapat dilihat pada Tabel 6, dengan perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 4, Lampiran 6 dan Lampiran 8.

Tabel 6. Karakterisasi Kitosan Hasil Deasetilasi Kitin

No	Karakterisasi	Keterangan
1	Warna	Putih kecoklatan
2	Kadar air	0,93 % \pm 0,23
3	Kadar abu	95,00 % \pm 1,06
4	Derajat deasetilasi	58 – 75 %
5	Berat molekul	974,87 g/mol
6	Derajat polimerisasi	6

Kadar air dan kadar abu kitosan yang diperoleh masing – masing sebesar 0,93 % \pm 0,23 dan 95,00 % \pm 1,06. Menurut www.chitosan.com.cn, disebutkan kadar air dan kadar abu kitosan masing- masing adalah ≤ 10 % dan $\leq 1-2$ %. Menurut Khan *et.al* (2002), kitosan bersifat higroskopis dan kemampuan kitosan menyerap kelembaban menurun dengan naiknya derajat deasetilasi. Dari hasil diketahui bahwa kadar air kitosan sesuai standar. Kadar abu kitosan yang diperoleh melebihi standar. Hal ini disebabkan karena proses demineralisasi kitin belum sempurna sehingga kitosan yang diperoleh masih mengandung banyak mineral. Kadar abu merupakan indikator keefektifan proses demineralisasi.

Kitosan yang didapat dianalisis dengan spektra FTIR untuk menentukan gugus fungsi kitosan dan menentukan derajat deasetilasi. Spektra FTIR ditunjukkan oleh Gambar 9.



Gambar 9. Spektra FTIR Kitosan

Pita serapan pada bilangan gelombang $3448,27\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi uluran -OH dan vibrasi uluran NH_2 yang tumpang tindih. Menurut Fessenden (1989), uluran -NH amina primer pada daerah $3250 - 3500\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi uluran gugus -C-H metilen ($\text{-CH}_2\text{-}$ dan -CH_3) ditunjukkan pada bilangan gelombang $2923,39\text{ cm}^{-1}$. Serapan pada 1625 cm^{-1} menunjukkan adanya getaran tekuk N-H seperti yang disebutkan dalam Silverstein (1986) bahwa getaran tekuk N-H amina primer teramati pada $1650 - 1580\text{ cm}^{-1}$. Serapan ini tumpang tindih dengan serapan C=O amida sehingga intensitasnya meningkat. Serapan pada $1479,90\text{ cm}^{-1}$ mendukung adanya gugus -CH_3 yang terikat pada amida, sehingga dapat disimpulkan bahwa dalam kitosan masih terdapat kitin. Serapan pada bilangan gelombang $1070 - 1150\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur -C-O , pada spektra serapan ini ditunjukkan pada daerah $1082,44\text{ cm}^{-1}$. Serapan pada daerah $2923,39$ dan $2853,19\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan -CH_2 dan CH_3 . Uluran C-N terletak pada serapan $1020 - 1250\text{ cm}^{-1}$ (Fessenden, 1989), jadi serapan pada $1021,27\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan C-N. Serapan pada daerah $1788,71\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan C=O , sehingga disimpulkan dalam kitosan terdapat CaCO_3 .

Keberadaan kitin dalam kitosan didukung dengan data derajat deasetilasi kitosan yang dihitung dengan menggunakan dua *baseline* menurut Khan *et.al* (2002), yaitu *baseline* Domszy & Robert dan Baxter *et.al* masing – masing sebesar $58,67\%$ dan $75,01\%$ seperti yang ditunjukkan dalam Lampiran 8. Menurut www.chemistrydaily.com, derajat deasetilasi kitosan berkisar antara $60 - 100\%$, sehingga kitosan yang didapatkan masuk dalam standar. Semakin besar DD yang diperoleh maka kitosan yang didapatkan makin murni. Pemilihan garis dasar untuk kedua *baseline* dapat dilihat pada Lampiran 16.

Berat molekul kitosan yang diperoleh adalah sebesar $974,87\text{ g/mol}$ dengan derajat polimerisasi 6. Kecilnya berat molekul kitosan yang diperoleh disebabkan karena terjadinya hidrolisis parsial ikatan glikosida pada rantai polimer saat proses demineralisasi dan proses deasetilasi kitin yang sangat dipengaruhi oleh konsentrasi dan suhu yang dipakai, akibatnya rantai kitosan menjadi lebih pendek dan berat molekulnya lebih kecil. Suhu tinggi dan oksigen terlarut dapat menyebabkan degradasi pada kitosan. Kitosan dengan Berat molekul tinggi

mempunyai viskositas tinggi sehingga tidak disukai dalam industri karena proses pengolahan memerlukan waktu yang lama.

3. Pembentukan Kitosan Sulfat

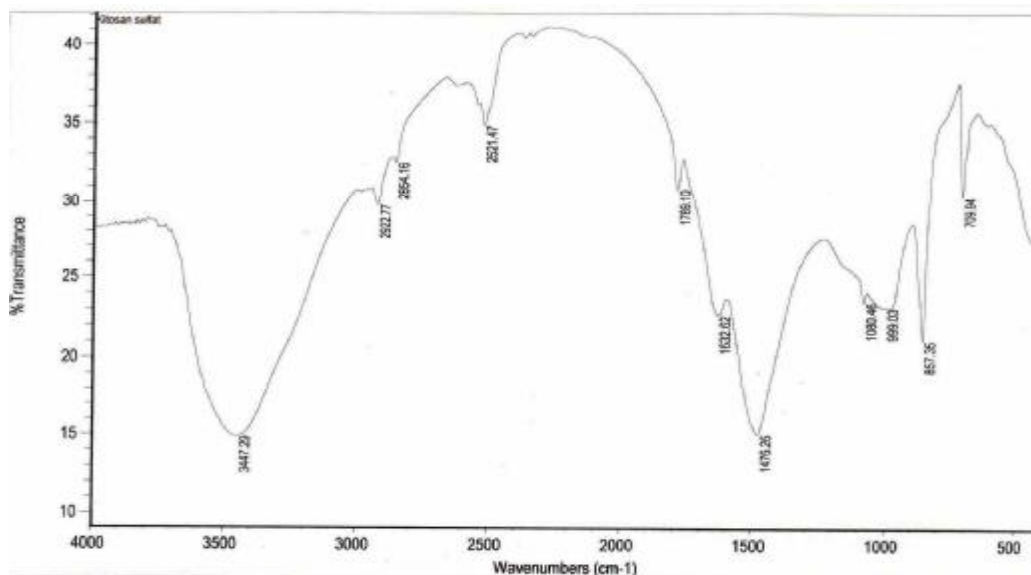
Kitosan yang diperoleh dari tahap perlakuan sebelumnya ditambahkan larutan ammonium sulfat 0,1 M seperti yang dilakukan Mahatmanti (2001). Filtrat hasil pencucian kitosan sulfat yang didapatkan diukur kandungan sulfatnya dengan turbidimeter untuk mengetahui kandungan sulfat yang menempel pada kitosan. Hasil dari tiap perlakuan dalam pembentukan kitosan sulfat dapat dilihat pada Tabel 7. Rendemen hasil pembentukan kitosan sulfat sebesar $5,46 \% \pm 0,88$ (dari bahan awal), dengan perhitungan yang dapat dilihat pada Lampiran 2. Perhitungan karakterisasi kitosan sulfat ditunjukkan pada Lampiran 4 dan Lampiran 5.

Tabel 7. Karakterisasi Kitosan Sulfat

No	Karakterisasi	Keterangan
1	Kadar air	$1,49 \% \pm 1,73$
2	Kadar abu	$93,51\% \pm 1,03$
3	Sulfat yang menempel	6,46 mg/g

Konversi kitosan menjadi kitosan sulfat pada dasarnya adalah pengikatan elektrostatik ion sulfat pada gugus reaktif kitosan (gugus amina) menjadi gugus $\text{NH}_3^+ \text{OSO}_3^{2-}$. Konversi ini dilakukan untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi kitosan karena dengan adanya ion sulfat, maka gugus amina pada kitosan akan lebih bersifat kationik, selain itu dengan adanya gugus sulfat maka diharapkan dapat pula mengikat gugus-gugus kationik. Ion sulfat dipakai karena ion sulfat kaya electron. Kereaktifan gugus aktif kitosan sulfat lebih stabil daripada kitosan karena gugus amina telah mengalami protonasi permanen dengan adanya penempelan ion sulfat. Kitosan sulfat yang diperoleh dikarakterisasi kadar air, kadar abu dan penentuan gugus fungsi dengan spektra FTIR. Kadar air dan kadar

abu kitosan sulfat yang diperoleh, masing-masing adalah sebesar 1,49% dan 93,51 %. Banyaknya sulfat yang menempel pada kitosan sebesar dihitung dengan turbidimetri sebesar 6,46 mg/g. Gugus fungsi pada kitosan sulfat ditentukan dengan spektra FTIR dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Spektra FTIR Kitosan sulfat

Pada dasarnya serapan spektra kitosan dan kitosan sulfat sama, hanya saja pada spektra kitosan sulfat muncul serapan gugus sulfat. Pita serapan pada bilangan gelombang $3447,29 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi uluran -OH dan vibrasi uluran NH_2 yang tumpang tindih (Silverstein, 1986). Vibrasi uluran C-H metilen (CH_2 dan CH_3) ditunjukkan pada bilangan gelombang $2922,77 \text{ cm}^{-1}$ dan $2854,16 \text{ cm}^{-1}$. Serapan pada $1476,26 \text{ cm}^{-1}$ mendukung adanya gugus -CH_3 yang terikat pada amida. Serapan pada $1632,62 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan -C=O amida dan adanya getaran tekuk N-H yang menunjukkan keberadaan amina (NH_2). Serapan C-N ditunjukkan pada bilangan gelombang $1080,46 \text{ cm}^{-1}$ (Fessenden, 1989). Serapan S=O ditunjukkan pada bilangan gelombang sekitar 1100 cm^{-1} (Sudjadi, 1983). Pada fasa padat serapan ini lebih rendah $10 - 20 \text{ cm}^{-1}$ (Silverstein, 1986), sehingga pada spektra serapan ini ditunjukkan pada daerah $1080,46 \text{ cm}^{-1}$,

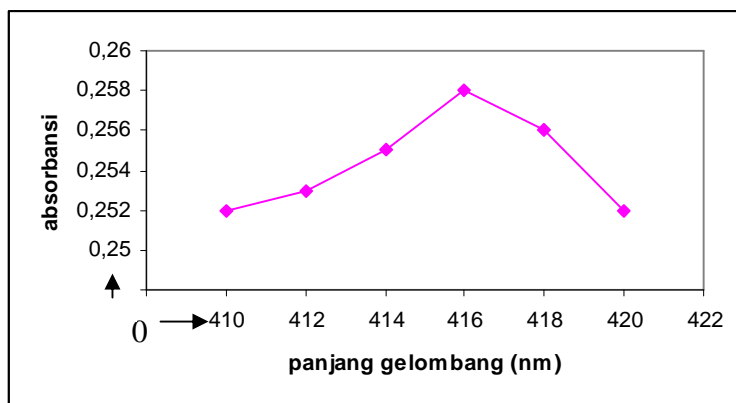
menunjukkan bahwa sulfat telah menempel pada kitosan. Daerah $1789,10\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan C=O yang menunjukkan bahwa keberadaan CaCO_3 dalam kitosan sulfat masih besar.

4. Adsorpsi Larutan Remazol Yellow FG 6

Adsorpsi dilakukan dengan metode *Batch* dengan memvariasi pH larutan zat warna, variasi waktu kontak dan variasi konsentrasi larutan zat warna.

a. Panjang gelombang *Remazol Yellow FG 6* Maksimum

Pengukuran panjang gelombang maksimum dilakukan dengan mengukur larutan *Remazol Yellow FG 6* dari panjang gelombang 350 - 450 nm dengan spektroskopi Uv-Vis. Gambar 11 menampilkan data pengukuran absorbansi *Remazol Yellow FG 6* pada berbagai panjang gelombang. Dari data tersebut diketahui bahwa absorbansi maksimal terjadi pada panjang gelombang 416 nm. Panjang gelombang maksimum ini dipakai dalam setiap pengukuran dengan spektroskopi Uv-Vis. Data pengukuran selengkapnya disajikan pada Lampiran 11.

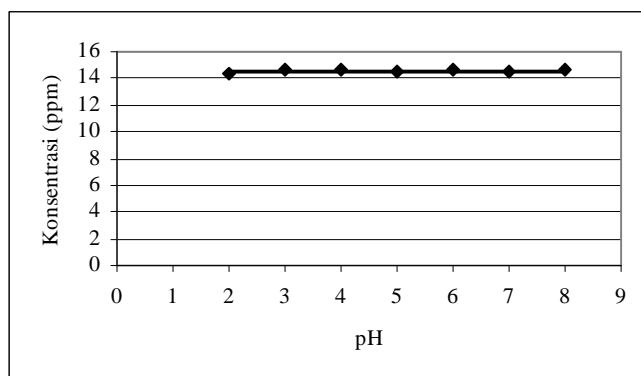


Gambar 11. Kurva $\lambda_{\text{maksimal}}$ *Remazol Yellow FG 6*

b. Pengaruh pH terhadap absorbansi larutan zat warna

Larutan zat warna dikondisikan pada pH 2-8 dengan konsentrasi 15 ppm kemudian diukur absorbansinya dengan spektroskopi Uv-Vis pada panjang gelombang 416 nm untuk mengetahui pengaruh pH terhadap absorbansi larutan

zat warna. Hasil dari percobaan menunjukkan bahwa pH tidak berpengaruh terhadap absorbansi larutan zat warna, sehingga pembuatan kurva standar zat warna tidak perlu dilakukan pada berbagai pH. Data selengkapnya ditunjukkan pada Lampiran 13 dan Gambar 12.



Gambar 12. Kurva Pengaruh pH terhadap Absorbansi Larutan Zat Warna

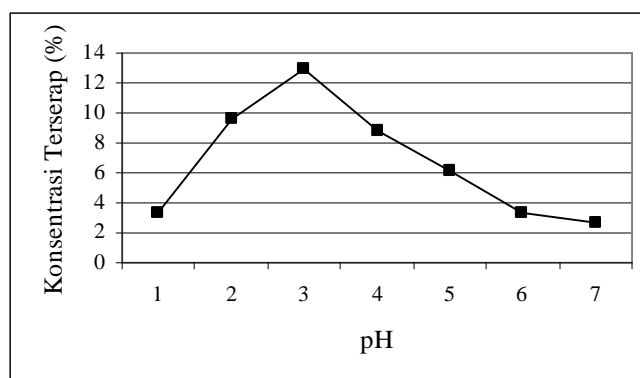
c. Variasi pH larutan

Tujuan dari variasi pH larutan zat warna adalah untuk mengetahui pH optimum terjadinya adsorpsi larutan zat warna *Remazol Yellow* FG 6 oleh adsorben kitosan sulfat. Hasil pengukuran dengan spektroskopi Uv-Vis disajikan pada Lampiran 11 dan perhitungan disajikan pada Lampiran 10. Tabel 8 menampilkan data hasil adsorpsi larutan zat warna pada variasi pH dengan adsorben kitosan sulfat.

Tabel 8. Data Konsentrasi Hasil Adsorpsi dengan Variasi pH

No	pH	Terserap (ppm)	Persentase (%)
1	2	0,824 ± 0,01	3,49
2	3	2,555 ± 0,02	9,61
3	4	3,650 ± 0,01	12,91
4	5	2,336 ± 0,00	8,79
5	6	1,533 ± 0,00	6,08
6	7	0,875 ± 0,00	3,32
7	8	0,730 ± 0,00	2,72

Hasil percobaan menunjukkan bahwa penyerapan *Remazol Yellow FG 6* maksimal terjadi pada pH 4 yaitu sebesar $3,650 \pm 0,01$ ppm (12,91 %), dengan daya serap sebesar 0,73 mg/g. Grafik hubungan antara zat warna yang terserap vs pH pada variasi pH diperlihatkan pada Gambar 13.



Gambar 13. Kurva Adsorpsi Zat Warna pada Variasi pH

Senyawa organik akan cenderung bersifat basa pada kondisi pH dibawah pKa, sehingga bermuatan kationik. pKa kitosan adalah 6,5, sehingga pada pH dibawah pKa gugus amina terprotonasi menjadi -NH_3^+ . Gugus reaktif kitosan sulfat, yaitu $\text{NH}_3^+ \text{OSO}_3^{2-}$, yang telah terprotonasi permanen, pada kondisi pH 4 mengalami kestabilan, sehingga adsorpsi bisa maksimal. Kompetisi antara ion H^+ dengan NH_3^+ untuk berikatan dengan gugus sulfat dari zat warna akan terjadi pada kondisi pH larutan dibawah 4, akibatnya konsentrasi zat warna yang terserap sedikit. Jumlah ion H^+ dalam larutan pada pH diatas 4 berkurang, sehingga protonasi gugus amina-sulfat menjadi tidak stabil, sehingga adsorpsi tidak maksimal dan mengalami penurunan.

d. Variasi waktu kontak

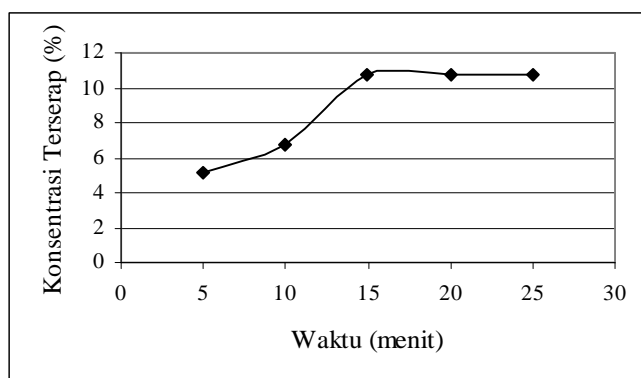
Variasi waktu kontak dilakukan untuk mengetahui lamanya waktu yang diperlukan untuk terjadi adsorpsi maksimal pada kondisi pH optimum yang telah ditentukan sebelumnya. Tabel 9 menyajikan data hasil pengukuran dan perhitungan adsorpsi *Remazol Yellow FG 6* oleh kitosan sulfat dengan variasi

waktu kontak. Data pengukuran disajikan pada Lampiran 11 dan perhitungan disajikan pada Lampiran 10.

Tabel 9. Data Variasi Waktu Kontak Adsorpsi Zat Warna dengan Kitosan Sulfat

No	Waktu (menit)	Terserap (ppm)	%
1	5	1,190 \pm 0,22	5,15
2	10	1,548 \pm 0,28	6,70
3	15	2,501 \pm 0,22	10,79
4	20	2,560 \pm 0,22	10,76
5	25	2,500 \pm 0,20	10,79

Kurva hubungan konsentrasi zat warna terserap versus waktu kontak ditunjukkan oleh Gambar 14.



Gambar 14. Kurva Konsentrasi Zat Warna Terserap Vs Waktu

Dari Gambar 14, diketahui bahwa penyerapan maksimal terjadi pada waktu kontak 15 menit, dimana konsentrasi zat warna yang terserap sebesar 2,501 \pm 0,22 ppm (10,79 %), dengan daya serap sebesar 0,50 mg/g. Makin pendek waktu reaksi yang diperlukan, maka reaksi berjalan semakin cepat, sehingga kesetimbangan reaksi tercapai dengan lebih cepat pula. Waktu kontak kitosan sulfat yang relatif pendek dibanding waktu kontak kitosan, yaitu 24 jam (Rakhmawati, 2007), disebabkan karena kitosan sulfat telah mempunyai gugus aktif yang telah terprotonasi secara stabil, sehingga saat dimasukkan kedalam

larutan zat warna, kitosan sulfat bisa langsung bereaksi dengan zat warna tanpa memerlukan waktu untuk memprotonasi gugus aktifnya terlebih dulu.

Pada waktu kontak diatas 15 menit, penambahan waktu tidak mempengaruhi hasil adsorpsi karena saat kesetimbangan reaksi telah dicapai, waktu kontak tidak lagi mempengaruhi reaksi.

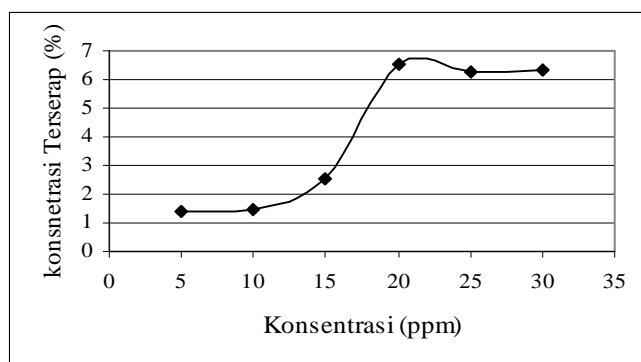
e. Penentuan Isoterm Adsorpsi

Tabel 10 menampilkan data hasil pengukuran dan perhitungan adsorpsi larutan zat warna dengan kitosan sulfat dengan variasi konsentrasi larutan yang dapat dilihat pada Lampiran 11 dan perhitungan pada Lampiran 10.

Tabel 10. Data Konsentrasi Hasil Adsorpsi Zat Warna dengan Variasi Konsentrasi

No	Konsentrasi (ppm)	Terserap (ppm)	%
1	5	0,067 \pm 0,27	1,41
2	10	0,135 \pm 0,04	1,47
3	15	0,335 \pm 0,10	2,53
4	20	1,208 \pm 0,14	6,55
5	25	1,476 \pm 0,18	6,27
6	30	1,812 \pm 0,22	6,32

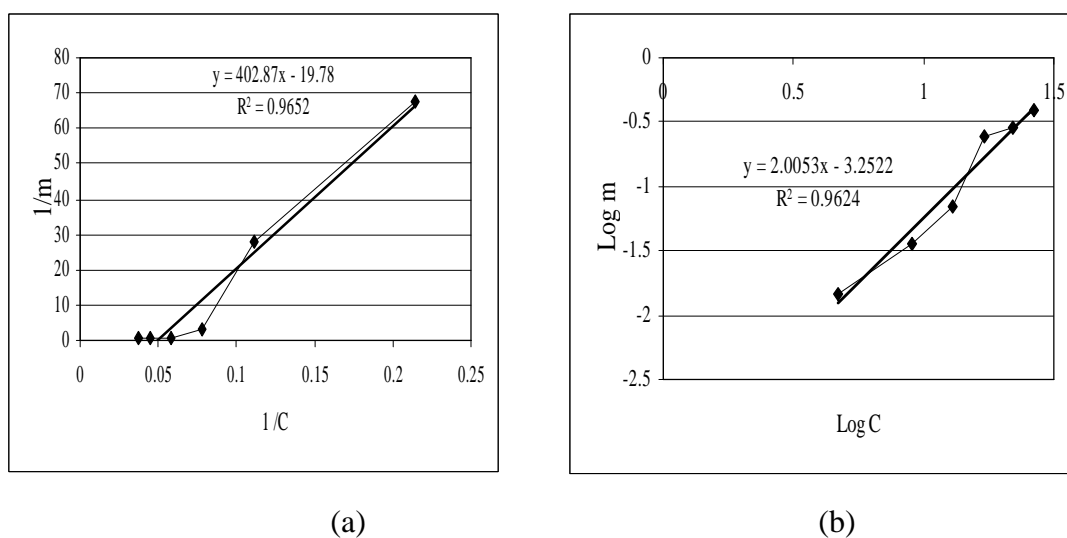
Nilai adsorpsi maksimal *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat terjadi pada konsentrasi 20 ppm dengan adsorpsi sebesar 1,208 ppm (6,27 %), dengan daya serap sebesar 0,24 mg/g. Grafik hubungan antara zat warna terserap vs konsentrasi zat warna ditunjukkan Gambar 15.



Gambar 15. Kurva Adsorpsi Zat Warna Variasi Konsentrasi

Dari Gambar 14 dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi zat warna maka konsentrasi yang terserap semakin banyak. Nilai konsentrasi *Remazol Yellow* FG 6 yang terserap mengalami kestabilan pada konsentrasi 20 ppm, dimana saat konsentrasi dinaikkan menjadi 25 dan 30 ppm, konsentrasi yang terserap tidak mengalami perubahan yang berarti. Hal ini terjadi karena gugus amina aktif bebas pada kitosan sulfat telah dipakai untuk berikatan dengan zat warna, sehingga penambahan konsentrasi zat warna tidak mempengaruhi jumlah zat warna yang terserap.

Variasi konsentrasi larutan *Remazol Yellow* FG 6 yang dilakukan dapat dipakai untuk menentukan isoterm adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat. Grafik antara $1/m$ vs $1/C$ dibuat mengikuti persamaan Isoterm Langmuir. Grafik antara $\log m$ vs $\log C$ dibuat mengikuti persamaan Isoterm Freundlich. Grafik kedua persamaan isoterm ditunjukkan oleh Gambar 16.



Gambar 16. Grafik Persamaan Isoterm Adsorpsi
(a) Isoterm Adsorpsi Langmuir. (b) Isoterm Adsorpsi Freundlich

Nilai regresi untuk grafik persamaan isoterm adsorpsi Langmuir adalah 0,9652, sedang regresi persamaan isoterm adsorpsi Freundlich adalah 0,9624. Nilai regresi kedua grafik hampir sama, sehingga dari nilai regresi tidak dapat ditentukan jenis isoterm yang sesuai. Nilai *slope* dan *intercept* dari masing-masing

grafik dipakai untuk menghitung konstanta-konstanta dari masing-masing jenis isoterm adsorpsi. Data selengkapnya disajikan pada Tabel 11 dengan perhitungan disajikan pada Lampiran 12.

Tabel 11. Data Parameter Isoterm adsorpsi

No	Keterangan	Pers. Freundlich	Pers. Langmuir
1	r^2	0,9624	0,9652
2	k	$5,598 \times 10^{-4}$ L/mg	0,049 L/mg
3	n	0,499	-
4	Kapasitas adsorpsi	-	0,051 mg/g

5. Penentuan Sifat Adsorpsi

Penentuan sifat adsorpsi larutan zat warna *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat dilakukan dengan menentukan apakah larutan zat warna yang terserap dapat dilepaskan kembali atau tidak, dengan melakukan desorpsi adsorben pada kondisi optimum adsorpsi memakai akuades. Data hasil perhitungan pada Lampiran 12 disajikan pada Tabel 12.

Tabel 12. Data Konsentrasi Akhir Adsorpsi – Desorpsi Kitosan Sulfat

No	Pengulangan	Adsorpsi (ppm)	Desorpsi (ppm)
1	1	2,320	2,072
2	2	3,131	1,869
3	3	4,199	2,526
4	Rata-rata	$3,217 \pm 1,88$	$2,160 \pm 0,68$

Kontrol adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat dilakukan dengan menghitung daya serap CaCO_3 terhadap *Remazol Yellow* FG 6 pada kondisi optimum. Hal ini dilakukan karena kadar abu kitosan sulfat yang

diperoleh sangat tinggi, sehingga kandungan CaCO_3 dalam kitosan sulfat juga tinggi, akibatnya ada kemungkinan CaCO_3 ikut berperan dalam adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat. Data hasil percobaan disajikan pada Tabel 13 dengan perhitungan disajikan pada Lampiran 14.

Tabel 13. Data Daya Serap Adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6

No	Pengulangan	Daya serap kitosan sulfat (mg/g)	Kontrol CaCO_3 (mg/g)	Daya serap akhir kitosan sulfat (mg/g)
1	1	0,46	0,24	0,22
2	2	0,63	0,22	0,41
3	3	0,84	0,24	0,60
4	Rata-rata	$0,64 \pm 0,38$	$0,23 \pm 0,02$	$0,40 \pm 0,38$

Dari data pada Tabel 12, diketahui bahwa rata-rata adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 oleh kitosan sulfat pada kondisi optimum adalah 3,217 ppm, dengan daya serap 0,64 mg/g. Hasil kontrol adsorpsi kitosan sulfat dengan CaCO_3 pada Tabel 13 menunjukkan bahwa CaCO_3 dapat menyerap *Remazol Yellow* FG 6 sebesar 0,23 mg/g pada kondisi optimum, sehingga dengan kontrol ini didapatkan daya serap optimum kitosan sulfat setelah kontrol sebesar 0,40 mg/g.

Uji desorpsi dengan akuades pada kondisi optimum mencapai 71,63 %. Interaksi antara *Remazol Yellow* FG 6 dengan kitosan sulfat dapat terjadi karena gugus sulfonat *Remazol Yellow* FG 6 yang larut dalam air berubah menjadi ion anionik, sehingga dapat menyerang gugus amina pada kitosan sulfat yang telah terprotonasi terlebih dulu oleh gugus sulfat. Gaya tolak menolak juga bisa terjadi antara ion sulfat dari *Remazol Yellow* FG 6 dengan ion sulfat pada kitosan sulfat sehingga memperlemah ikatan, akibatnya bisa terjadi desorpsi.

6. Aplikasi Limbah

Limbah zat warna industri batik yang mengandung *Remazol Yellow* FG 6 dikondisikan pada kondisi optimum adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 dengan

kitosan sulfat yang diperoleh dari optimasi sebelumnya, kemudian diserap dengan kitosan sulfat. Uji desorpsi dilakukan dengan akuades.

Hasil pengukuran adsorpsi dan desorpsi limbah zat warna dengan kitosan sulfat disajikan pada Lampiran 17 dan hasil perhitungan disajikan pada Tabel 14.

Tabel 14. Data Hasil Aplikasi Adsorpsi Limbah Zat Warna

No	Awal	Kontrol	Sisa (ppm)	Adsorpsi (ppm)	Desorpsi (ppm)
1	5,527 (ppm)	4,851 (ppm)	0,730	4,121	3,067
2			1,068	3,783	2,732
3			0,459	4,392	3,201
4	Rata-rata		0,752 ± 0,61	4,099 ± 0,61	3,00 ± 0,48
5	%			84,5 %	73,2%
6	Daya serap optimum			0,41 mg/g	

Limbah zat warna yang terserap oleh kitosan sulfat mencapai 84,5% dengan daya serap 0,41 mg/g. Desorpsi yang dilakukan menunjukkan bahwa 73,2% zat warna yang terserap dapat lepas kembali. Hal ini sesuai dengan hasil optimasi sebelumnya yang menunjukkan bahwa ikatan antara kitosan sulfat dengan *Remazol Yellow* FG 6 merupakan interaksi elektrostatis yang bersifat *reversible*.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Kitosan sulfat dapat dibuat dari kitosan hasil deasetilasi kitin cangkang bekicot dengan rendemen 5,46 %.
2. Karakterisasi kitosan sulfat meliputi kadar air 1,50 %, kadar abu 93,51 % dan sulfat yang menempel 6,46 mg/g.
3. Kitosan sulfat dengan kadar abu 93,51% dapat menyerap larutan *Remazol Yellow* FG 6 pada kondisi optimum pH 4, konsentrasi 20 ppm dan waktu kontak 15 menit dengan daya serap 0,64 mg/g.
4. Adsorpsi kitosan sulfat terhadap limbah zat warna menunjukkan 84,5% zat warna terserap dengan daya serap 0,41 mg/g dan desorpsi sebesar 73,2%.
5. Adsorpsi kitosan sulfat terhadap larutan *Remazol Yellow* FG 6 dan limbah zat warna lebih dominan dengan interaksi elektrostatik yang bersifat *reversible*, tetapi isoterm adsorpsi yang terjadi tidak bisa ditentukan dengan pasti.

B. Saran

1. Perlu dilakukan optimasi kondisi isolasi kitin dari cangkang bekicot dan konversinya menjadi kitosan.
2. Mencari pengembangan adsorben kitosan baik aplikasi maupun modifikasinya.
3. Mencari metode yang lebih efisien waktu dalam proses pencucian (penetralan) dalam isolasi kitin maupun pembuatan kitosan.

DAFTAR PUSTAKA

- Aboua, F. 1990. *Tropicultura* 8 (3): p121-122. <http://tropical-horticulture.org/000/052/000052821.html>.
- Albanis T.A, D.G. Hela, T.M. Sakellarides and T.G. Danis. 2000. Removal of Dyes from Aqueous Solution by Adsorption on Mixtures of Fly Ash and Soil in Batch and Column Techniques, *Global Nest : The Int. J.* vol. 2 no. 3 pp 237-244
- Arief, U. 2003, *Studi Pembuatan Kitosan dari Cangkang Bekicot (Achatina fullica) dan Aplikasinya sebagai Adsorben Logam Ni*, Skripsi, UNS, Surakarta.
- Beaulieu, C. 2005. *Chitin and Chitosan: Versatile and Multiplatform Biomolecules*, <http://www.plasticstrends.net/articles/chitosan.htm>.
- Cahyaningrum, S. E. 2001. *Karakteristik Adsorpsi Ni (II) dan Cd (II) pada Kitosan dan Kitosan Sulfat dari Cangkang Udang Windu (penaus monodon)*, Tesis Pasca Sarjana , UGM, Jogjakarta.
- Chiou M.S, Ho P.Y, Li H.Y. 2003. Adsorption Behaviour of Dye AAVN and RB4 in Acid Solution on Chemically Cross-Linked Chitosan Beads, *J. Chin. Inst. Chem. Engrs.*, Vol 34, No. 6, 625-634.
- Christie, R. M. 2001. *Colour Chemistry*, RSC Paperback, The Royal Society of Chemistry , UK
- Clesceri, L.S., Arnold E.G., Andrew D.E., 1998, *Standart Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 20th edition, APHA, AWWA, WEF, Maryland, p 4.178 – 4.179
- Darjito. 2001. *Karakterisasi Adsorpsi Co(II) dan Cu(II) pada Adsorben Kitosan Sulfat*, Tesis Program Pasca Sarjana, UGM, Yogyakarta.
- Fessenden, R.J. and J.S. Fessenden. 1989. *Kimia Organik*, jilid 2, edisi ke-3, Erlangga, Jakarta.
- Hunger, K. 2003. *Industrial Dyes : Chemistry, Properties, Applications*, Willey – VCH Verlag, GmbH and Co. KgaA, Weinheim.
- Husna, W. 2004. *Pemanfaatan Kitosan dari Kitin Cangkang Kerang Hijau (Mytilus viridis Linnaeus) sebagai Koagulan Limbah Cair Pabrik Pengolahan Karet*, Skripsi, UNS, Surakarta.

- Isminingsih, G.1978. *Pengantar Kimia Zat Warna*, ITB, Bandung.
- Khan T.A, K.K Peh, Hung S.C. 2002. Reporting Degree of Deacetylation Values of Chitosan : the Influence Analitical Methods, *J Pharm Pharmaceut Sci*.
- Kimura Y.I, V.T. Fávere, A.O. Martins, V.A. Spinelli and A. Josué. 2001. Adequacy of Isotherm adsorption of Black 5 Reactive Dye for Crosslink Chitosan microsphere, *Acta Scientiarum Maringá*, v. 23, n. 6, p. 1313 - 1317.
- Lee, V.R. and Tan E.W.Y. 2002. *Enzymatic Hidrolisis of Shrimp Waste for the Purification of Chitin*, dalam [http:// www.lboro.ac.uk/departments/cg/project/2002/lee](http://www.lboro.ac.uk/departments/cg/project/2002/lee)
- Mahatmanti, F.W. 2001. *Studi Adsorben Logam seng(II) dan Timbal (II) pada Kitosan dan Kitosan Sulfat dari Cangkang Udang Windu (Penous Monodon)*, Tesis Program Pasca Sarjana, UGM, Yogyakarta.
- Nasution, S.H. dan Citorekso, P. 1999, *Kitosan, Teknologi Produksi dan Aplikasinya sebagai Pangan Kesehatan*, Seminar Nasional Teknologi Pangan, Yogyakarta.
- No. H, Lee and Meyers S.P. 2000. Corelation Between Physicochemichal Characteristic and Binding Capacities on Chitosan Product, *Journal of Food Science*, Vol 65 no 7 1134-1137.
- Oscik, J. 1982. *Adsorption*, Ellis Harwood Limited Publisher. Chicester, John Willey and Sons, New York.
- Prihatman, K. 2000. *Budidaya Bekicot (Achatina spp.)*, TTG Budidaya Peternakan, Jakarta.
- Pudjaatmaka, A.H. 1991. *Kimia Organik*, jilid 1 edisi ke-3, Erlangga, Jakarta, Terjemahan : *Organic Chemistry*, fessenden R.J. dan Fessenden J.S., 1982, Wadsworth,Inc, Belmont.
- Pujiastuti, P. 2001. *Kajian Transformasi Kitin Menjadi Kitosan Secara Kimiawi dan Enzimatik*, Seminar Nasional Jurusan Kimia, FMIPA, UNS, Surakarta.
- Rakhmawati, E. 2007. *Pemanfaatan Kitosan Hasil deasetilasi Kitin Cangkang Bekicot sebagai Adsorben Zat Warna Remazol Yellow*, Skripsi, FMIPA, UNS, Surakarta.
- Rahmayanti, P. V. 2006. *Optimasi pH dan waktu Kontak Biosorpsi Zat Warna Remazol Yellow oleh Biomassa Rhyzopus Oryzae aktif dan Terimmobilisasi*, Skripsi, UNS, Surakarta.

- Rasjid D, G.A. Kasoenarno, Astini S, Arifin L. 1976. *Teknologi Pengelantangan, Pencelupan dan Pencapan*, Institut Teknologi Tekstil, Bandung.
- Sakkayawong N, P. Thiravetyan, W. Nakbanpote. 2002. Adsorption Mechanism of Reactive Dye Wastewater by Chitosan, *Journal of Colloid and Interface Science* 286 , 36 – 42.
- Salami, L. 1998. *Pemilihan Metode Isolasi Khitin dan Ekstraksi Khitosan dari Limbah Kulit Udang Windu (penaeus monodoon) dan Aplikasinya sebagai Bahan Koagulasi Limbah Cair Industri Tekstil*. Skripsi. Jurusan kimia FMIPA UI. Jakarta.
- Santoso, H.B. 2002. *Bekicot Lezat dan Kaya Protein*, Kompas Cyber Media, dalam <http://www.kompas.com/kesehatan/news/senior/gizi>.
- Sastrohamidjojo, H. 1991. *Spektroskopi*, edisi ke-2, Liberty, Yogyakarta.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi Inframerah*, Liberty, Yogyakarta.
- Seou, S.W. 2003. *Depolymerization and Decolorization of Chitosan by Ozone treatment*, Tesis, Chung-Ang University, Department of Food Science, Korea.
- Shofiyani A, Nuryono, Narsito. 2001. *Pemanfaatan Kitosan sebagai Adsorben untuk Adsorpsi Anion logam Cr(IV) dalam Medium Air*, Seminar Nasional Kimia IX, Yogyakarta.
- Silverstein, Bossler, Morrill. 1986. *Spectrometric Identification of Organic compounds*, 5th ed., A Wiley Interscience Publication, John Wiley & Sons, Singapore.
- Sime R. J. 1990. *Physical Chemistry Methods, Techniques and Experiments*, Saunders College Publishing, Philadelphia.
- Sudjadi. 1983. *Penentuan Struktur Senyawa Organik*, Ghalia Indonesia, Bandung.
- Supriyanto, R. 2005. *Adsorpsi Zat Warna Remazol Yellow FG pada Limbah Tekstil oleh Alang-Alang (Imperata cylindrical L. Raeush)*, Skripsi, FMIPA UNS, Surakarta.
- Widodo A, Mardiah, dan Andi P. 2005. *Potensi Kitosan dari Sisa Udang sebagai Koagulan Logam Berat Limbah Cair Industri Tekstil*, ITS, Surabaya.
- Wilcox, C. F, Wilcox M. F. 1995. *Experimental Organic Chemistry: a small – scale approach*, 2nd edition, Prentice Hall, New Jersey.

Williams D. H., Fleming I. 1987. *Spectroscopic Methods In Organic Chemistry*. Fourth Edition. Mc Grow-Hill Book Company (UK) Limited. London

Yurnaliza. 2002. *Senyawa Kitin dan Kajian Aktivitas Enzim microbial Pendegradasinya*, USU Digital Library.

_____, 2005, *Dyes and Pigments*, www.greatvistachemichals.com

_____, 2005, *Budidaya Bekicot*, dalam <http://www.bi.go.id/sipuk/lm/bekicot>

<http://www.chitosan.com.cn>/chitosan.

<http://www.chemistrydaily.com>/chitosan

Lampiran 1. Perhitungan Standar Deviasi

Sebagai contoh diambil data perhitungan rendemen pembuatan kitosan sulfat

Diketahui :

$$r_1 = 2,223$$

$$r_2 = 2,933$$

$$r_3 = 3,029$$

$$r_{rata-rata} = 2,728$$

$$n = 3$$

Perhitungan :

$$\begin{aligned} s &= \sqrt{\frac{\sum (r - r_{rata-rata})^2}{n - 1}} \\ &= \sqrt{\frac{(2,223 - 2,728)^2 + (2,933 - 2,728)^2 + (3,029 - 2,728)^2}{3 - 1}} \\ &= 0,440 \end{aligned}$$

Lampiran 2. Perhitungan rendemen hasil percobaan

Contoh perhitungan:

Perhitungan rendemen hasil akhir deproteinasi

$$\text{rendemen} = \frac{\text{berat akhir}}{\text{berat awal}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned}\text{rendemen}_1 &= \frac{45,711g}{50g} \times 100\% \\ &= 91,42 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{rendemen}_2 &= \frac{47,530g}{50g} \times 100 \% \\ &= 95,06 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{rendemen}_3 &= \frac{45,699g}{50g} \times 100 \% \\ &= 91,398 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{rendemen rata-rata} &= \frac{(91,422\% + 95,060\% + 91,398\%)}{3} \\ &= 92,63 \% \pm 4,22 \\ &= 24,39 \% \pm 1,40\end{aligned}$$

Analog untuk semua perhitungan rendemen hasil akhir tiap perlakuan.

Lampiran 3. Data Proses Isolasi Kitin, Pembuatan Kitosan dan Kitosan Sulfat.

Tabel 1. Data Rendemen Isolasi Kitin

No	Tahap pemurnian	Awal (g)	Rendemen 1 (g)	Rendemen 2 (g)	Rendemen 3 (g)
1	Deproteinasi	50	45,71	47,53	45,70
2	Demineralisasi	50	11,80	12,47	12,31

Tabel 2. Data Hasil Perhitungan Rendemen Isolasi Kitin

No	Tahap Pemurnian	Rendemen rata-rata
1	Deproteinasi	92,63% \pm 4,22
2	Demineralisasi	24,39 % \pm 1,40

Tabel 3. Data Rendemen Pembuatan Kitosan dan Kitosan Sulfat

No	Tahap pemurnian	Awal (g)	Rendemen 1 (g)	Rendemen 2 (g)	Rendemen 3 (g)
1	Deasetilasi	50	2,55	3,74	3,40
2	Pembuatan kitosan sulfat	50	2,22	2,93	3,03

Tabel 4. Data Hasil Perhitungan Pembuatan Kitosan dan Kitosan Sulfat

No	Tahap pemurnian	Rendemen Rata-rata
1	Deasetilasi	6,46 % \pm 1,23
2	Pembuatan kitosan sulfat	5,46 % \pm 0,88

Lampiran 4. Perhitungan Kadar air dan Kadar Abu

a. Contoh perhitungan kadar air kitosan:

Berat yang hilang = berat awal – berat akhir

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{berat yang hilang}}{\text{berat awal}} \times 100 \%$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar air}_1 &= \frac{0,005g}{0,500g} \times 100\% \\ &= 1,00 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar air}_2 &= \frac{0,004g}{0,500g} \times 100\% \\ &= 0,80\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar air}_3 &= \frac{0,005g}{0,501g} \times 100\% \\ &= 1,00\%\end{aligned}$$

$$\text{rata-rata} = \frac{1,00\% + 0,80\% + 1,00\%}{3} = 0,93\% \pm 0,23$$

Analog untuk semua perhitungan kadar air.

b. Contoh perhitungan kadar abu kitosan.

$$\text{Kadar abu} = \frac{\text{berat akhir}}{\text{berat awal}} \times 100 \%$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar abu}_1 &= \frac{0,473g}{0,5g} \times 100\% \\ &= 94,60\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar abu}_2 &= \frac{0,474g}{0,5g} \times 100\% \\ &= 94,80\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar abu}_3 &= \frac{0,478g}{0,501g} \times 100\% \\ &= 95,60\%\end{aligned}$$

$$\text{Rata-rata} = \frac{94,60\% + 94,80\% + 95,60\%}{3} = 95,00\% \pm 1,06$$

Analog untuk semua perhitungan kadar abu.

Lampiran 5. Data Perhitungan Kadar Air dan Kadar Abu Kitosan dan Kitosan Sulfat.

Tabel 1. Data Perhitungan Kadar Air Kitosan.

No	Berat awal (gram)	Berat akhir (gram)	Berat yang hilang (gram)	Kadar air (%)
1	0,500	0,495	0,005	1,00
2	0,500	0,496	0,004	0,80
3	0,501	0,496	0,005	1,00

Rata-rata = 0,93 % \pm 0,23

Tabel 2. Data Perhitungan Kadar Air Kitosan Sulfat

No	Berat awal (gram)	Berat Akhir (gram)	Berat yang hilang (gram)	Kadar air (%)
1	0,200	0,198	0,002	1,00
2	0,201	0,196	0,005	2,49
3	0,201	0,199	0,002	0,99

Rata-rata = 1,49 % \pm 1,73

Tabel 3. Data Perhitungan Kadar Abu Kitosan

No	Berat awal (gram)	Berat akhir (gram)	Kadar abu (%)
1	0,500	0,473	94,60
2	0,500	0,474	94,80
3	0,501	0,478	95,60

Rata-rata = 95,00 % \pm 1,06

Tabel 4. Data Perhitungan Kadar Abu Kitosan Sulfat.

No	Berat awal (gram)	Berat akhir (gram)	Kadar abu (%)
1	0,200	0,187	93,50
2	0,201	0,189	94,03
3	0,200	0,186	93,00

Rata-rata = 93,51 % \pm 1,03

Lampiran 6. Perhitungan Berat Molekul Rata-rata Kitosan.

No	Konsentrasi (%)	Waktu (detik)	ρ	η_r	η_{sp}	η_{sp} / C
1	0,0	5,33	0,9189	-	-	-
2	0,1	5,70	0,9463	1,1013	0,1013	1,0130
3	0,2	6,17	0,9524	1,1992	0,1992	0,9960
4	0,3	6,53	0,9550	1,2738	0,2738	0,9127
5	0,4	6,77	0,9578	1,3233	0,3233	0,8083
6	0,5	7,13	0,9615	1,4002	0,4002	0,8005

Keterangan :

$$\eta_{sp} = \text{viskositas spesifik} = \eta_r - 1$$

$$\eta_r = \text{viskositas intrisik} = \frac{tR}{t_0 R_0}$$

$$|\eta| = \text{angka viskositas batas} = (\eta_{sp} / c)_{c \rightarrow 0}$$

dengan membuat kurva antara C vs η_{sp} / c maka diperoleh

$$r = - 0,9655$$

$$a = 1,08991$$

$$b = - 0,6127$$

$$\text{saat } c = 0 \text{ maka } \eta_{sp} / c = 1,08991 \text{ sehingga } |\eta| = 1,08991$$

Berat molekul rata-rata dihitung dengan persamaan Mark – Houwink

$$|\eta| = KM_w^a$$

$$\text{dimana } K = 1,81 \times 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g}$$

$$a = 0,93$$

$$\ln |\eta| = \ln K + a \ln M_w$$

dengan memasukkan nilai yang sesuai didapatkan berat molekul (M_w) kitosan =

974,866 g/mol, dan berat molekul monomer

$$\text{Atom O} = 4 \times 15,999 = 63,997$$

$$\text{Atom C} = 6 \times 12,011 = 72,067$$

$$\text{Atom H} = 11 \times 1,008 = 11,088$$

$$\text{Atom N} = 1 \times 14,008 = 14,008$$

$$= 161,160$$

$$\text{sehingga } Dp_w = \frac{974,866}{161,60} = 6,0326 \approx 6$$

Lampiran 7. Data Perhitungan Berat Molekul Rata-rata Kitosan.

Tabel 1. Data Waktu Alir Larutan Kitosan

No	t ₀ (detik)	t ₁ (detik)	t ₂ (detik)	t ₃ (detik)	t ₄ (detik)	t ₅ (detik)
1	5,5	5,7	6,3	6,6	6,8	7,2
2	5,3	5,7	6,1	6,5	6,8	7,1
3	5,4	5,7	6,1	6,5	6,7	7,1
Rata-rata	5,3 ± 0,26	5,7 ± 0	6,2 ± 0,24	6,5 ± 0,12	6,8 ± 0,12	7,1 ± 0,12

Tabel 2. Data Pengukuran Berat Piknometer

No	Berat piknometer (g)			Rata-rata (g)
	1	2	3	
1	20,370	20,368	20,369	20,369 ± 0,002

Tabel 3. Data Pengukuran Berat Molekul Kitosan

No	Konsentrasi (%)	Berat sampel + Piknometer (g)			Berat rata-rata (g)	Berat sampel (g)	Volume Sampel (ml)	Berat jenis (g/cm ³)
		1	2	3				
1	0	29,559	29,558	29,558	29,558 ± 0,002	9,189	10	0,9189
2	0,1	29,832	29,832	29,833	29,832 ± 0,002	9,463	10	0,9463
3	0,2	29,894	29,893	29,893	29,893 ± 0,002	9,524	10	0,9524
4	0,3	29,920	29,919	29,919	29,919 ± 0,002	9,550	10	0,9550
5	0,4	29,948	29,946	29,947	29,947 ± 0,002	9,578	10	0,9578
6	0,5	29,985	29,984	29,983	29,984 ± 0,002	9,615	10	0,9615

Lampiran 8. Perhitungan Derajat Deasetilasi Kitin dan Kitosan.

Contoh Perhitungan Derajat Deasetilasi Kitin:

a. *Baseline* Domszy dan Robert.

$$\%DD = 100 - [(A_{1655} / A_{3450}) \times 100 / 1,33] \%$$

dengan menghitung (A_{1655}) amida dan (A_{3450}) hidroksil sebagai berikut

$$(A_{1655}) \text{ amida} = \text{Log}_{10} (DF_1 / DE)$$

$$(A_{3450}) \text{ hidroksil} = \text{Log}_{10} ((AC / AB))$$

dari data spektra FTIR kitin diketahui

$$\text{garis } DF_1 = 27,0 \quad DE = 15,5 \quad AC = 26,0 \quad AB = 14,5$$

berdasarkan rumus diatas maka diperoleh

$$A_{1655} = \log DF_1 / DE = \text{Log} (27,0/15,5) = 0,241$$

$$A_{3450} = \log AC / AB = \text{Log} (26,0/14,5) = 0,254$$

$$\%DD = 100 - [(A_{1655} / A_{3450}) \times 100 / 1,33]$$

$$= 100 - 71,340 = 28,66 \%$$

b. *Baseline* Baxter at.al

$$\%DD = 100 - [(A_{1655} / A_{3450}) \times 115] \%$$

dengan menghitung (A_{1655}) amida dan (A_{3450}) hidroksil sebagai berikut

$$(A_{1655}) \text{ amida} = \text{Log}_{10} (DF_2 / DE)$$

$$(A_{3450}) \text{ hidroksil} = \text{Log}_{10} (AC / AB)$$

Dari data spektra FTIR kitin diketahui

$$\text{Garis } DF_2 = 18,0 \quad DE = 15,5 \quad AC = 26,0 \quad AB = 14,5$$

Berdasarkan rumus diatas didapatkan

$$A_{1655} = \log (18,0/15,5) = 0,065$$

$$A_{3450} = \log (26,0 / 14,5) = 0,254$$

$$\%DD = 100 - [(0,102 / 0,248) \times 115]$$

$$= 100 - 29,429 = 70,57 \%$$

Analog untuk menghitung Derajat Deasetilasi Kitosan.

Lampiran 9. Data Perhitungan Derajat Deasetilasi Kitin dan Kitosan.

Tabel 1. Data Perhitungan DD Kitin dan Kitosan.

No	Keterangan	Kitin		Kitosan	
		Domszy	Baxter	Domszy	Baxter
1	DF ₁	27,0 cm	-	29,2 cm	-
2	DF ₂	-	18,0 cm	-	22,8 cm
3	DE	15,5 cm	15,5 cm	15,5 cm	15,5 cm
4	AC	26,0 cm	26,0 cm	26,0 cm	26,0 cm
5	AB	14,5 cm	14,5 cm	14,5 cm	14,5 cm
6	Derajat Deasetilasi	28,66%	70,57 %	58,67%	75,01%

Lampiran 10. Perhitungan *Remazol Yellow* FG 6 Teradsorpsi oleh Kitosan Sulfat.
Contoh perhitungan konsentrasi *Remazol Yellow* FG 6 teradsorpsi oleh kitosan sulfat variasi pH.

Pada masing-masing pH diasumsikan terdapat sejumlah konsentrasi zat warna yang sesuai dengan konsentrasi kontrol, sehingga pada pH 2

Konsentrasi teradsorpsi = Konsentrasi kontrol – Konsentrasi dengan adsorben

$$\begin{aligned}\text{Pengulangan 1} &= (23,638 - 23,105) \text{ ppm} \\ &= 0,533 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Pengulangan 2} &= (23,638 - 22,646) \text{ ppm} \\ &= 0,992 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Pengulangan 3} &= (23,638 - 22,668) \text{ ppm} \\ &= 0,97 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{rata-rata konsentrasi terserap} &= \frac{(0,533 + 0,992 + 0,97)}{3} \\ &= 0,83 \text{ ppm} \pm 0,50\end{aligned}$$

Analog untuk semua perhitungan konsentrasi terserap semua variasi.

Lampiran 11. Data Adsorpsi *Remazol Yellow* FG 6 oleh Kitosan Sulfat.

1. Panjang Gelombang Optimum *Remazol Yellow* FG 6.

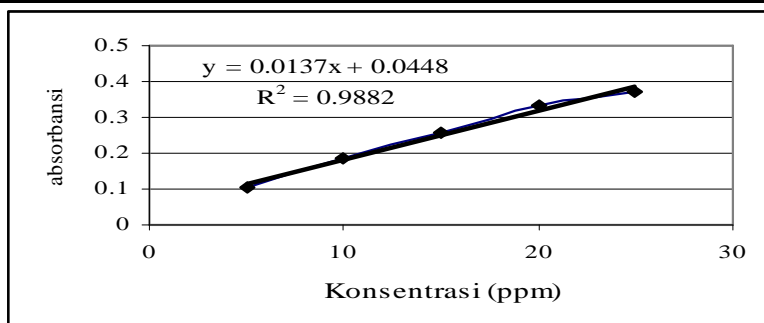
Tabel 1. Data Panjang gelombang maksimum *Remazol Yellow* FG 6

λ (nm)	Absorbansi
350	0,068
360	0,113
370	0,143
380	0,182
390	0,212
400	0,233
410	0,252
412	0,253
414	0,255
416	0,258
418	0,256
420	0,252
430	0,240
440	0,184
450	0,183

2. Variasi pH Larutan Zat Warna.

Tabel 2. Data Kurva Standar Larutan Zat Warna Dengan Spektroskopi Uv-Vis.

No	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Rata-rata
		1	2	3	
1	5	0,106	0,104	0,105	$0,105 \pm 0,002$
2	10	0,185	0,183	0,183	$0,184 \pm 0,002$
3	15	0,254	0,256	0,256	$0,255 \pm 0,002$
4	20	0,334	0,334	0,335	$0,334 \pm 0,001$
5	25	0,372	0,372	0,372	$0,372 \pm 0,000$



Tabel 3. Data Absorbansi Larutan Zat Warna Hasil Adsorpsi Variasi pH.

No	pH	Absorbansi				
		Awal	Kontrol	1	2	3
1	2	0,391	0,367	0,360	0,354	0,355
		0,389	0,369	0,361	0,355	0,355
		0,390	0,369	0,362	0,355	0,355
		$0,390 \pm 0,002$	$0,368 \pm 0,002$	$0,357 \pm 0,006$		
2	3	0,408	0,409	0,378	0,373	0,371
		0,409	0,409	0,378	0,376	0,369
		0,406	0,408	0,377	0,376	0,37
		$0,408 \pm 0,004$	$0,409 \pm 0,002$	$0,374 \pm 0,008$		
3	4	0,409	0,432	0,376	0,381	0,390
		0,409	0,432	0,377	0,381	0,389
		0,409	0,431	0,375	0,381	0,390
		$0,409 \pm 0,000$	$0,432 \pm 0,002$	$0,382 \pm 0,012$		
4	5	0,374	0,409	0,377	0,376	0,376
		0,374	0,408	0,377	0,375	0,377
		0,373	0,409	0,377	0,377	0,377
		$0,374 \pm 0,002$	$0,409 \pm 0,002$	$0,377 \pm 0,001$		
5	6	0,367	0,389	0,368	0,369	0,371
		0,367	0,389	0,368	0,369	0,368
		0,367	0,391	0,369	0,369	0,369
		$0,367 \pm 0,000$	$0,390 \pm 0,002$	$0,368 \pm 0,002$		
6	7	0,386	0,406	0,393	0,396	0,392
		0,385	0,406	0,393	0,397	0,393
		0,387	0,405	0,395	0,396	0,394
		$0,386 \pm 0,002$	$0,406 \pm 0,002$	$0,394 \pm 0,003$		
7	8	0,361	0,413	0,405	0,403	0,402
		0,362	0,413	0,402	0,403	0,402
		0,362	0,414	0,405	0,403	0,401
		$0,362 \pm 0,002$	$0,413 \pm 0,002$	$0,404 \pm 0,003$		

Tabel 4. Data Hasil Perhitungan Adsorpsi Zat Warna Variasi pH.

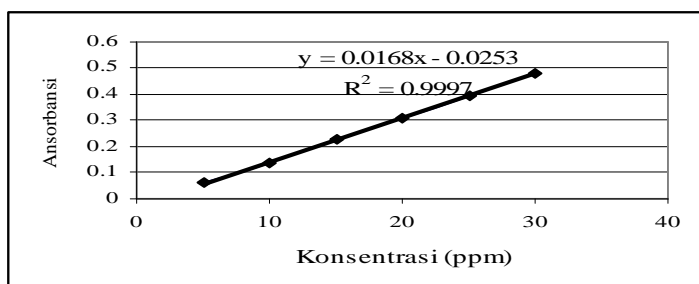
No	pH	Awal (ppm)	kontrol (ppm)	Sisa (ppm)	Terserap (ppm)	Persentase (%)
1	2	25,197	23,591	22,788	$0,803 \pm 0,006$	3,40

2	3	26,510	26,584	24,029	$2,555 \pm 0,01$	9,61
3	4	26,584	28,263	24,613	$3,650 \pm 0,01$	12,91
4	5	25,029	26,584	24,248	$2,336 \pm 0,00$	8,79
5	6	23,518	25,197	23,664	$1,533 \pm 0,00$	6,08
6	7	24,905	26,364	25,489	$0,875 \pm 0,00$	3,32
7	8	23,153	26,876	26,146	$0,730 \pm 0,00$	2,72

3. Variasi Waktu Kontak.

Tabel 5. Data Kurva Standar Larutan Zat Warna dengan Spektroskopi Uv-Vis.

No	Konsentrasi (ppm)	A1	A2	A3	A _{rata-rata}
1	5	0,061	0,061	0,061	$0,061 \pm 0,000$
2	10	0,139	0,138	0,139	$0,139 \pm 0,001$
3	15	0,228	0,228	0,228	$0,228 \pm 0,001$
4	20	0,306	0,307	0,307	$0,307 \pm 0,001$
5	25	0,396	0,397	0,396	$0,396 \pm 0,001$
6	30	0,478	0,478	0,478	$0,478 \pm 0,000$



Tabel 6. Data Absorbansi Larutan Zat Warna Hasil Adsorpsi dengan Variasi Waktu Kontak.

No	Waktu (menit)	Absorbansi				Kontrol _{rata-rata}	Abs _{rata-rata}
		kontrol	1	2	3		
1	5	0,362	0,345	0,34	0,343	0,363	$0,343 \pm 0,006$
		0,363	0,345	0,337	0,343		
		0,363	0,348	0,339	0,343		
2	10	0,363	0,341	0,335	0,336	0,363	$0,337 \pm 0,006$
		0,363	0,341	0,335	0,337		
		0,362	0,341	0,335	0,336		
3	15	0,364	0,33	0,318	0,317	0,364	$0,322 \pm 0,012$
		0,364	0,33	0,318	0,317		

		0,364	0,329	0,318	0,317		
4	20	0,365	0,326	0,312	0,329	0,365	0,323 ± 0,016
		0,364	0,326	0,311	0,33		
		0,365	0,326	0,311	0,329		
5	25	0,365	0,323	0,319	0,32	0,364	0,322 ± 0,004
		0,364	0,323	0,318	0,32		
		0,364	0,323	0,318	0,32		

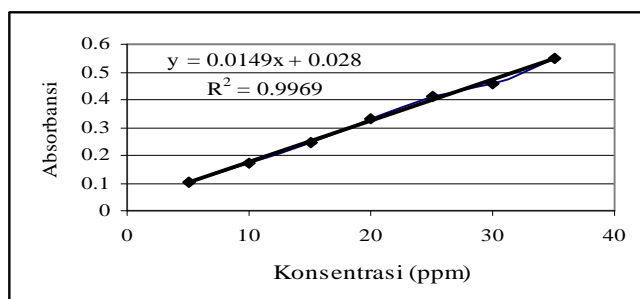
Tabel 7. Data Hasil Perhitungan Konsentrasi Zat Warna Terserap Variasi Waktu Kontak.

No	Waktu (menit)	kontrol (ppm)	Sisa (ppm)	Terserap (ppm)	%
1	5	23,113	21,923	1,190 ± 0,22	5,15
2	10	23,113	21,565	1,548 ± 0,28	6,70
3	15	23,173	20,672	2,501 ± 0,22	10,79
4	20	23,232	20,732	2,500 ± 0,22	10,79
5	25	23,173	20,673	2,500 ± 0,20	10,79

4. Variasi konsentrasi.

Tabel 8. Data Kurva Standar Absorbansi Zat Warna.

No	Konsentrasi (ppm)	A ₁	A ₂	A ₃	A _{rata-rata}
1	5	0,1	0,102	0,101	0,101 ± 0,002
2	10	0,174	0,174	0,173	0,174 ± 0,001
3	15	0,248	0,247	0,248	0,248 ± 0,001
4	20	0,332	0,336	0,332	0,333 ± 0,004
5	25	0,411	0,415	0,412	0,413 ± 0,004
6	30	0,459	0,459	0,459	0,459 ± 0,000
7	35	0,551	0,549	0,549	0,550 ± 0,002



Tabel 9. Data Absorbansi Larutan Zat Warna Hasil Adsorpsi dengan Variasi Konsentrasi.

No	konsentrasi	Awal	kontrol	1	2	3	A_{w_r}	K_r	A_r
1	5	0,103	0,099	0,097	0,097	0,099	0,101	0,099	0,098
		0,100	0,099	0,098	0,097	0,098			
		0,101	0,098	0,097	0,097	0,098			
2	10	0,173	0,165	0,159	0,164	0,163	0,173	0,165	0,163
		0,173	0,166	0,160	0,163	0,164			
		0,173	0,165	0,162	0,163	0,165			
3	15	0,238	0,225	0,219	0,218	0,222	0,237	0,225	0,220
		0,236	0,225	0,220	0,218	0,222			
		0,238	0,226	0,219	0,220	0,223			
4	20	0,303	0,303	0,282	0,285	0,290	0,303	0,303	0,285
		0,303	0,302	0,282	0,282	0,289			
		0,303	0,303	0,282	0,282	0,289			
5	25	0,383	0,378	0,354	0,363	0,356	0,382	0,379	0,357
		0,380	0,380	0,354	0,361	0,356			
		0,382	0,379	0,355	0,361	0,356			
6	30	0,458	0,422	0,428	0,426	0,430	0,458	0,445	0,428
		0,458	0,456	0,427	0,426	0,430			
		0,458	0,456	0,428	0,426	0,429			

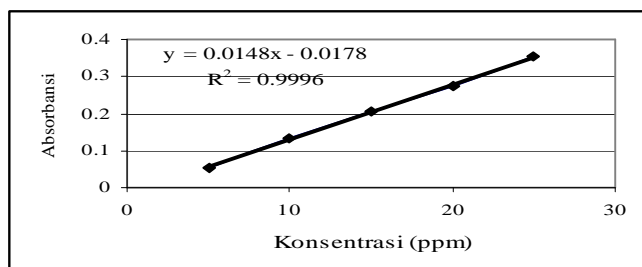
Tabel 10. Data Hasil Perhitungan Konsentrasi Zat Warna Hasil Adsorpsi Variasi Konsentrasi.

No	Konsentrasi (ppm)	Awal (ppm)	kontrol (ppm)	Sisa (ppm)	Terserap (ppm)	%
1	5	4,899	4,765	4,698	$0,067 \pm 0,27$	1,41
2	10	9,732	9,195	9,060	$0,135 \pm 0,04$	1,47
3	15	14,027	13,221	12,886	$0,335 \pm 0,10$	2,53
4	20	18,456	18,456	17,248	$1,208 \pm 0,14$	6,55
5	25	23,758	23,557	22,081	$1,476 \pm 0,18$	6,27
6	30	28,859	28,658	26,846	$1,812 \pm 0,22$	6,32

Lampiran 12. Perhitungan Penentuan Isoterm Adsorpsi.

Tabel 1. Data Kurva Standar Larutan Zat Warna.

No	Konsentrasi (ppm)	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs _{rata-rata}
1	5	0,056	0,054	0,054	0,055 ± 0,002
2	10	0,132	0,132	0,132	0,132 ± 0,000
3	15	0,204	0,203	0,204	0,204 ± 0,001
4	20	0,275	0,274	0,274	0,274 ± 0,001
5	25	0,353	0,352	0,353	0,353 ± 0,001



Tabel 2. Data Adsorpsi dan Desorpsi Larutan Zat Warna Pada Kondisi Optimum

No	Keterangan	Abs1	Abs 2	Abs 3	Abs _{rata-rata}	ppm
1	Awal (ppm)	0,266	0,265	0,267	0,266	19,176
2	Kontrol (ppm)	0,263	0,262	0,262	0,262	18,928
3	Adsorpsi					
4	1	0,227	0,228	0,228	0,228	16,608
5	2	0,216	0,216	0,216	0,216	15,797
6	3	0,202	0,200	0,201	0,201	14,784
7	Terserap (ppm)					
8	1	2,320				
9	2	3,131				
10	3	4,199				
11	Desorpsi					
12	1	0,013	0,013	0,012	0,013	2,072
13	2	0,010	0,009	0,009	0,009	1,869
14	3	0,020	0,021	0,020	0,020	2,526

Tabel 3. Data Perhitungan Isoterm Langmuir.

No	Konsentrasi (ppm)	1 / C	Daya serap	1 / m
1	4,678	0,214	0,0148	67,568
2	9,040	0,111	0,0362	27,624

3	12,899	0,078	0,0698	2,865
4	17,228	0,058	0,243	0,823
5	22,107	0,045	0,2914	0,686
6	26,718	0,037	0,3892	0,514

$$r = 0,9652 \quad \text{dengan } Y = 402,87 X - 19,78$$

$$\text{intercept} = -19,78 = 1/b$$

$$b = 1/19,78 = 0,051 \text{ mg/g}$$

$$\text{slope} = 402,87 = 1 / bK$$

$$K = 1 / (402,87 \times 0,051) = 0,049 \text{ L/mg}$$

Tabel 4. Data Perhitungan Isoterm Freundlich.

No	Konsentrasi	Log C	Daya serap	Log m
1	4,678	0,670	0,0148	-1,830
2	9,040	0,956	0,0362	-1,441
3	12,899	1,111	0,0698	-1,156
4	17,228	1,236	0,243	-0,614
5	22,107	1,345	0,2914	-0,536
6	26,718	1,427	0,3892	-0,410

$$r = 0,9624 \text{ dengan } Y = 2,0053 X - 3,2522$$

$$\text{Intercept} = \log K = -3,2522$$

$$K = 5,595 \times 10^{-4}$$

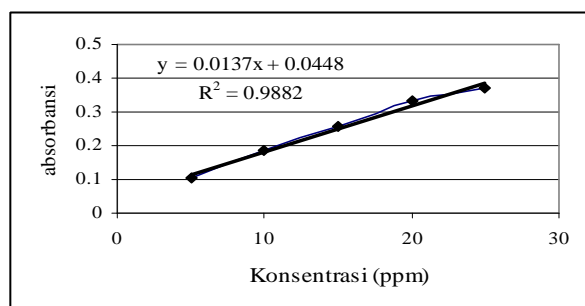
$$\text{Slope} = 1 / n = 2,0053$$

$$n = 0,499$$

Lampiran 13. Data Perhitungan Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Zat Warna

Tabel 1. Data Kurva Standar Zat Warna

No	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Rata-rata
		1	2	3	
1	5	0,106	0,104	0,105	$0,105 \pm 0,002$
2	10	0,185	0,183	0,183	$0,184 \pm 0,002$
3	15	0,254	0,256	0,256	$0,255 \pm 0,002$
4	20	0,334	0,334	0,335	$0,334 \pm 0,001$
5	25	0,372	0,372	0,372	$0,372 \pm 0,000$



Tabel 2. Data Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Zat Warna

No	pH	A ₁	A ₂	A ₃	A _{rata-rata}	Ppm
1	2	0,236	0,236	0,235	0,236	$13,932 \pm 0,08$
2	3	0,242	0,242	0,241	0,242	$14,370 \pm 0,08$
3	4	0,239	0,240	0,240	0,240	$14,224 \pm 0,08$
4	5	0,238	0,239	0,239	0,239	$14,151 \pm 0,08$
5	6	0,241	0,241	0,242	0,241	$14,345 \pm 0,08$
6	7	0,238	0,238	0,237	0,238	$14,078 \pm 0,08$
7	8	0,240	0,240	0,241	0,240	$14,272 \pm 0,08$

Rata-rata konsentrasi pada berbagai pH adalah $14,196 \pm 0,31$ ppm.

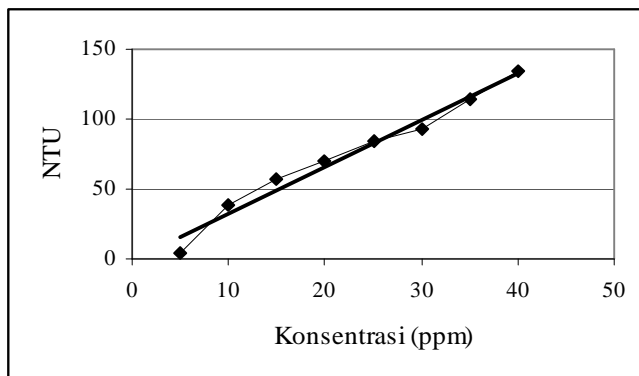
Lampiran 14. Data CaCO_3 sebagai Kontrol Adsorpsi *Remazol Yellow FG 6* oleh Kitosan Sulfat.

No	Keterangan	A_1	A_2	A_3	$A_{\text{rata-rata}}$	ppm
1	Awal	0,322	0,323	0,323	0,323	$20,283 \pm 0,08$
2	Kontrol	0,324	0,324	0,324	0,324	$20,380 \pm 0,00$
3	1	0,292	0,291	0,292	0,292	$18,020 \pm 0,08$
4	2	0,294	0,294	0,294	0,294	$18,190 \pm 0,00$
5	3	0,292	0,290	0,293	0,292	$18,020 \pm 0,22$
6	Rata-rata					$18,077 \pm 0,20$
7	Daya serap	$0,23 \pm 0,02 \text{ mg/g}$				

Lampiran 15. Perhitungan Turbidimetri.

Tabel 1. Data Kurva Standar Larutan Sulfat.

No	Konsentrasi (ppm)	NTU
1	5	4
2	10	39
3	15	57
4	20	70
5	25	85
6	30	93
7	35	114
8	40	134



$$r = 0,9966$$

$$a = 3,106$$

$$b = 6,561$$

Contoh Perhitungan mmol sulfat yang lepas:

$$Y = a + bX$$

$$47 = 3,106 + 6,561 X$$

$$X = \frac{47 - 3,106}{6,561} = 6,69 \text{ ppm}$$

$$X = 0,136 \text{ mmol}$$

Tabel 2. Data pengukuran turbiditas kitosan sulfat

No	Keterangan	NTU	mmol
1	Sampel 1 (pengenceran 10 kali)	47	0,136
2	Sampel 2 (50 ml)	35	0,019

$$\text{Sulfat awal} = \frac{96}{132} \times 3,4 \text{ ml} \times 0,1 \text{ M} = 0,248 \text{ mmol}$$

$$\text{Sulfat total yang lepas} = 0,136 \text{ mmol} + 0,019 \text{ mmol} = 0,156 \text{ mmol}$$

$$\text{Sulfat yang menempel} = 0,248 \text{ mmol} - 0,156 \text{ mmol} = 0,092 \text{ mmol}$$

$$= \frac{0,092 \times 96}{1,362 \text{ g}} = 6,46 \text{ mg/g}$$

Lampiran 16. Perhitungan Daya Serap Adsorpsi Kitosan Sulfat Terhadap *Remazol Yellow* FG 6

$$\text{Daya serap} = \frac{(C_a - C_i) \times V}{M}$$

C_a = konsentrasi awal (mg/L)

C_i = Konsentrasi akhir (mg/L)

V = Volume larutan (L)

M = massa adsorben (gram)

Contoh Perhitungan Daya serap maksimum optimasi pH :

$C_a = 28,261$ ppm

$C_i = 24,654$ ppm

$C \text{ terserap} = 28,263 - 24,613 \text{ ppm} = 3,650 \text{ ppm}$

$V = 10$ ml

$M = 0,05$ g

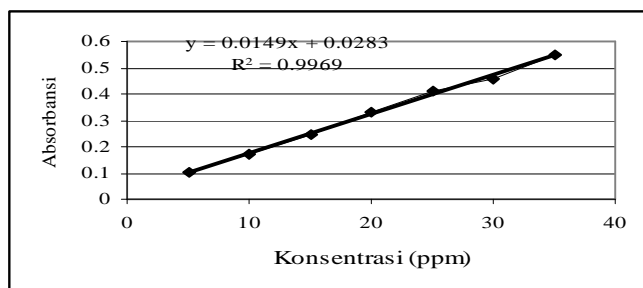
$$\text{Daya serap} = \frac{3,650 \text{ mg} / L \times 0,01 L}{0,05 \text{ g}} = 0,73 \text{ mg/g}$$

Perhitungan ini analog untuk semua perhitungan daya serap.

Lampiran 17. Data Adsorpsi – Desorpsi Limbah Zat Warna

Tabel 1. Data Kurva Standar Larutan Zat Warna

No	Konsentrasi (ppm)	A1	A2	A3	Arata-rata
1	5	0,100	0,102	0,101	0,101
2	10	0,174	0,174	0,173	0,174
3	15	0,248	0,247	0,248	0,248
4	20	0,332	0,336	0,332	0,333
5	25	0,411	0,415	0,412	0,413
6	30	0,459	0,459	0,459	0,459
7	35	0,549	0,549	0,549	0,549



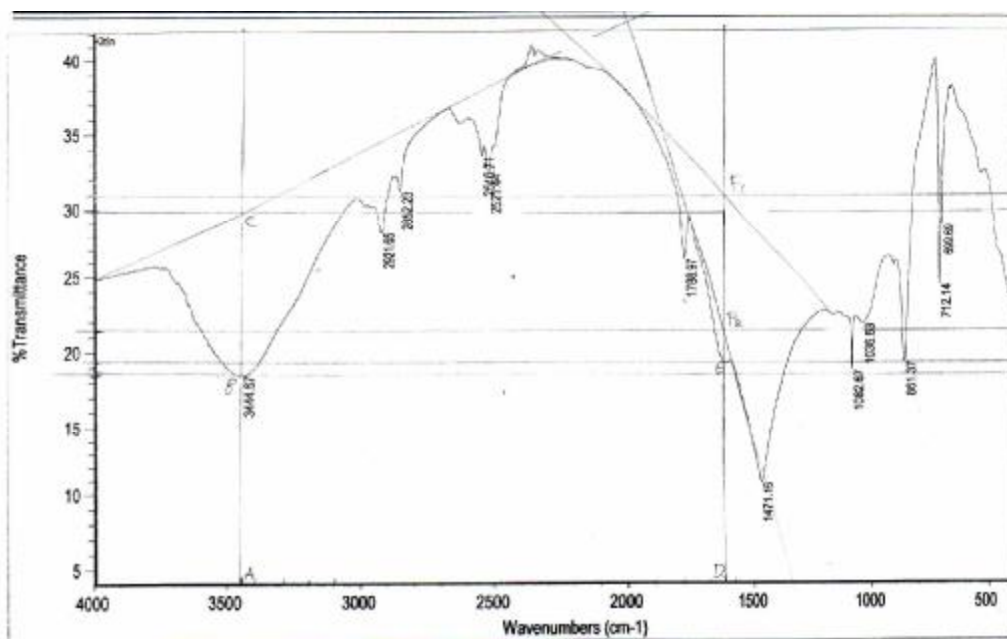
Tabel 2. Data Absorbansi Adsorpsi – Desorpsi Limbah Zat Warna

No	Keterangan	A1	A2	A3	Arata-rata
1.	Awal	0,110	0,109	0,110	0,110± 0,001
2.	Kontrol	0,098	0,101	0,101	0,100 ± 0,003
3.	Ads 1	0,039	0,038	0,039	0,039 ± 0,001
4.	Ads2	0,044	0,044	0,044	0,044 ± 0,000
5.	Ads3	0,035	0,036	0,035	0,035 ± 0,001
6.	Desor1	0,074	0,073	0,074	0,074 ± 0,001
7.	Desor2	0,068	0,069	0,069	0,069 ± 0,001
8.	Desor3	0,076	0,075	0,076	0,076 ± 0,001

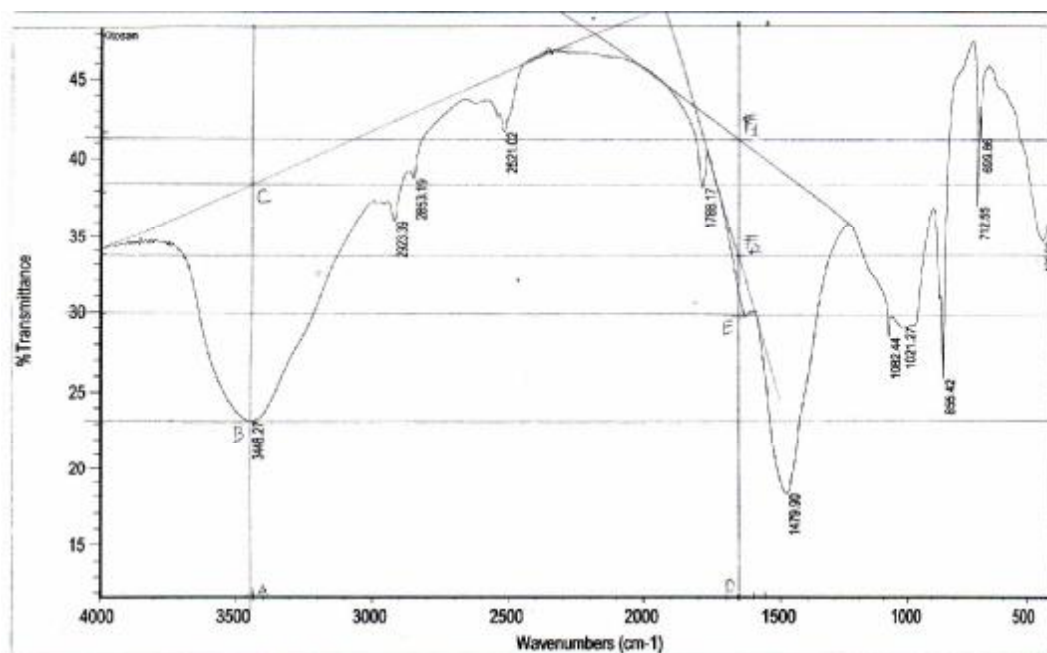
Tabel 3. Data Hasil Perhitungan Adsorpsi – Desorpsi Limbah Zat Warna

No	Awal	Kontrol	sisa	adsorpsi	desorpsi
1	5,527	4,851	0,730	4,121	3,067
2			1,068	3,783	2,732
3			0,459	4,392	3,201
4	Rata-rata		0,752 ± 0,61	4,099 ± 0,61	3,00 ± 0,48
5	%			84,5 %	73,2%

Lampiran 18. Pemilihan Garis Dasar Perhitungan Derajat Deasetilasi dengan Spektra FTIR



Gambar 1. Penentuan DD kitin



Gambar 2. Penentuan DD Kitosan